

# Mode d'emploi

ZEEnit 700 P Spectromètre d'absorption atomique



Constructeur	Analytik Jena	GmbH+Co. KG
	Konrad-Zuse-	-Str. 1
	07745 léna ·	Allemagne
	Téléphone	+49 3641 77 70
	Fax	+49 3641 77 92 79
	E-mail	info@analytik-jena.com

Service

Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Str. 1 07745 léna · Allemagne Téléphone +49 3641 / 77 74 07 (hotline) E-mail service@analytik-jena.com



Suivre ces instructions pour une utilisation correcte et en toute sécurité. Conserver ce manuel pour toute consultation ultérieure.

Informations générales

http://www.analytik-jena.com

Édition D (07/2023)

Version de la documenta- Analytik Jena GmbH+Co. KG tion technique

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

# Table des matières

1	Informations élémentaires	7
1.1	Utilisation conforme à l'usage prévu	8
2	Consignes de sécurité	q
21	Consignes de lase	9
2.2	Marquage de sécurité sur l'appareil	9
2.3	Exigences posées au personnel d'exploitation	. 11
2.4	Consignes de sécurité relatives au transport et à l'installation	. 12
2.5	Consignes de sécurité relatives à l'exploitation	. 12
2.5.1	Consignes de sécurité relatives à l'électricité	. 13
2.5.2	Risques liés au fonctionnement de la flamme et du four à tube graphite	. 13
2.5.3	Consignes de sécurité relatives à la formation d'ozone et de vapeurs toxiques	. 14
2.5.4	Consignes de sécurité relatives aux installations de gaz sous pression	. 15
2.5.5	Manipulation des échantillons et matières auxiliaires et d'exploitation	. 16
2.5.6	Décontamination après des impuretés biologiques	. 17
2.6	Marche à suivre en cas d'urgence	. 17
2.7	Consignes de sécurité relatives à la maintenance et à la réparation	. 17
2	Fonction of structure	10
<b>)</b> 21	Principa de fenctionnement du ZEEnit 700 D	. 10 10
2.1 2.1.1	Techniques AAS avec lo ZEEnit 700 P	. 10 10
2.1.1 2.1.2	Principa aptique	. 10
2.1.Z 2.1.2	Principe optique	. 19
2.1.2	Atomisour électrothermique avec aimant Zeeman	. 21
J.Z 3 7 1	Principa de la correction du fond solon Zooman	. 22
3.2.1	le four à tube graphite Zeeman	. 25
323	L'aimant Zeeman	25
374	Courants de gaz	.25
325	Variantes de tube graphite, nières du four et utilisations	. 20
3.2.6	Détecteur de rayonnement	. 29
3.2.7	Caméra du four	.29
3.3	Accessoires de la technique à tube graphite	.29
3.3.1	Passeur d'échantillon AS-GF	. 29
3.3.2	Groupe de refroidissement mobile KM 5	. 30
3.3.3	Distributeur d'échantillons solides SSA 600 et SSA6	.31
3.4	Système à flamme	. 31
3.4.1	Bloc de distribution de gaz	. 32
3.4.2	Système brûleur-nébuliseur	. 32
3.5	Brûleur et type de flamme	. 34
3.5.1	Capteurs	. 34
3.6	Accessoires de la technique à flamme	. 35
3.6.1	Distributeurs d'échantillons AS-F et AS-FD	. 35
3.6.2	Compresseur à piston PLANET L-S50-15	. 36
3.6.3	Module d'injection SFS 6	. 37
3.6.4	Scraper - Module de nettoyage automatique de la tête de brûleur	.37
3.7	Accessoires complémentaires - Systèmes Hg/Hydrure	. 38
3.8	Tourelle à lampes et lampes	. 39
4	Installation et mise en service	. 40
4.1	Conditions d'installation	. 40
4.1.1	Conditions environnantes	. 41
4.1.2	Alimentation en énergie	.41
4.1.3	Alimentation en gaz	. 42
4.1.4	Dispositif d'aspiration	. 43
4.1.5	Refroidissement par eau	.44
4.1.6	Encombrement et poids	. 44
4.2	Raccordements et connexions	. 47

4.3	Retrait du dispositif de sécurité du transport	49
4.4	Installation du ZEEnit 700 P	50
4.5	Installation du groupe de refroidissement mobile KM 5	50
4.6	Installation du programme ASpect LS	51
4.7	Equipement de la tourelle à 8 lampes et ajustage des lampes	51
4.7.1	Lampe à cathode creuse, démontage	52
4.7.2	Démontage et montage de la lampe à cathode creuse Deuterium	52
4.7.3	Configuration de la tourelle dans ASpect LS	54
4.7.4	Ajustage des lampes	55
4.8	Technique du tube graphite	57
4.8.1	Raccordements du compartiment d'échantillons	57
4.8.2	Paramètres logiciels définis par le fabricant pour la technique à tube graphite	57
4.8.3	Mise en place du tube graphite dans le four	57
4.8.4	Formatage du tube graphite	59
4.8.5	Nettoyage / évaporation du tube graphite	61
4.9	Passeur d'échantillon AS-GF	61
4.9.1	Installation du passeur d'échantillons	61
4.9.2	Ajustage de la AS-GF	64
4.9.3	Désinstallation du passeur d'échantillon AS-GF	65
4.9.4	Remarque sur l'installation du SSA600	66
4.10	Technique de flamme	66
4.10.1	Raccordements du compartiment d'échantillons	66
4.10.2	Paramètres logiciels définis par le fabricant pour la technique de flamme	67
4.10.3	Installation pour l'alimentation manuelle des échantillons	
4.10.4	Installation pour le mode de travail en continu	
4.10.5	Installation du module d'injection SFS 6	
4.10.6	Installation ultérieure du dispositif Scraper	
4.10.7	Changement de brûleur	
4.11	Mise en service du ZEEnit 700 P avec accessoires.	
4.11.1	Ordre de mise en marche, début des travaux quotidiens.	
4.11.2	Ordre de mise à l'arrêt	
5	Entretien et maintenance	76
5.1	Sommaire des travaux de maintenance	77
5.2	Appareil de base	78
5.2.1	Remplacement des fusibles	78
5.2.2	Nettoyage des compartiments d'échantillons	79
5.3	Four à tube graphite	79
5.3.1	Maintenance du four à tube graphite	79
5.3.2	Séparation du four à tube graphite puis assemblage	81
5.3.3	Démontage et nettoyage du groupe du capteur de température	84
5.3.4	Remplacement de l'électrode supérieure	85
5.3.5	Remplacement de la paroi du four et de l'électrode inférieure	87
5.3.6	Nettoyage et remplacement du tube graphite	90
5.4	Système brûleur-nébuliseur	90
5.4.1	Démontage du système brûleur/nébuliseur	91
5.4.2	Nettoyage du brûleur	93
5.4.3	Nettoyage du nébuliseur	94
5.4.4	Nettoyage de la chambre de mélange	94
5.4.5	Nettoyage du siphon	94
5.4.6	Assemblage du système brûleur/nébuliseur	95
5.4.7	Nettoyage du capteur du brûleur	96
5.5	Distributeur d'échantillons AS-GF	97
5.5.1	Rinçage du tuyau de dosage	97
5.5.2	Maintenance du tuyau de dosage	98
5.5.3	Remplacement de la seringue de dosage	100
5.5.4	Nettoyage après débordement de récipient	101
5.6	Echantillonneur automatique AS-F, AS-FD	101
5.6.1	Rinçage des conduites d'échantillons	101

5.6.2	Rinçage du récipient de mélange de l'AS-FD	
5.6.3	Remplacement des canules avec guide sur l'AS-FD	
5.6.4	Remplacement du tuyau d'aspiration	
5.6.5	Remplacement du jeu de tuyaux sur l'AS-FD	
5.6.6	Nettoyage après débordement de récipient	
5.7	Groupe de refroidissement mobile KM 5	
5.8	Compresseur	
5.9	Module d'injection SFS 6	
5.10	Raccordements d'alimentation	105
6	Transport et stockage	
7	Elimination	
7 8	Elimination	
7 8 8.1	Elimination Spécifications Caractéristique techniques	
7 8 8.1 8.1.1	Elimination Spécifications Caractéristique techniques Caractéristiques du ZEEnit 700 P	
<b>7</b> <b>8</b> 8.1 8.1.1 8.1.2	Elimination Spécifications Caractéristique techniques Caractéristiques du ZEEnit 700 P Exigences minimales du logiciel ASpect LS	
7 8 8.1 8.1.1 8.1.2 8.1.3	Elimination Spécifications Caractéristique techniques Caractéristiques du ZEEnit 700 P Exigences minimales du logiciel ASpect LS Données sur la technique du tube graphite	
7 8 8.1 8.1.1 8.1.2 8.1.3 8.1.4	Elimination Spécifications Caractéristique techniques Caractéristiques du ZEEnit 700 P Exigences minimales du logiciel ASpect LS Données sur la technique du tube graphite Données sur la technique à flamme	
7 8 8.1 8.1.1 8.1.2 8.1.3 8.1.4 8.1.5	Elimination Spécifications Caractéristique techniques Caractéristiques du ZEEnit 700 P Exigences minimales du logiciel ASpect LS Données sur la technique du tube graphite Données sur la technique à flamme Systèmes Hg/Hydrure	
7 8 8.1 8.1.1 8.1.2 8.1.3 8.1.4 8.1.5 8.2	Elimination Spécifications Caractéristique techniques Caractéristiques du ZEEnit 700 P Exigences minimales du logiciel ASpect LS Données sur la technique du tube graphite Données sur la technique à flamme Systèmes Hg/Hydrure Directives et normes	107 108 108 108 108 113 113 113 114 114 116 117

# Répertoire des illustrations

Fig. 1	Panneaux d'avertissement sur le ZEEnit 700 P	10
Fig. 2	Panneaux d'avertissement sur le ZEEnit 700 P	11
Fig. 3	ZEEnit 700 P	18
Fig. 4	Schéma optique du ZEEnit 700 P	20
Fig. 5	Principe de la spectroscopie d'absorption atomique Zeeman inverse	23
Fig. 6	Chambre d'échantillons du four graphite	24
Fig. 7	Four à tube graphite, ouvert	25
Fig. 8	Courants de gaz intérieur et extérieur dans le four à tube graphite	27
Fig. 9	Variantes de tube graphite	27
Fig. 10	Paroi du four, adaptateurs et utilisations	28
Fig. 11	Passeur d´échantillon	30
Fig. 12	Distributeur d'échantillons solides sur le ZEEnit 700 P	31
Fig. 13	Schéma du système brûleur-chambre de mélange-nébuliseur	33
Fig. 14	Types de brûleurs	34
Fig. 15	Passeur d'échantillon AS-FD avec module fluidique séparé	36
Fig. 16	Module d'injection SFS 6	37
Fig. 17	Scraper monté sur tête de brûleur de 50mm	38
Fig. 18	Structure de la tourelle à lampes	39
Fig. 19	Dimensions ZEEnit 700 P sur le devant	46
Fig. 20	Dimensions ZEEnit 700 P - Vue de dessus	46
Fig. 21	Schéma d'installation ZEEnit 700 P	47
Fig. 22	Raccordements d'alimentation et de commande	48
Fig. 23	Bloc de jonction pour les raccordements d'alimentation et de command	le48
Fig. 24	Vue de derrière du ZEEnit 700 P avec raccordements	49
Fig. 25	Dispositif de sécurité du transport sur le ZEEnit 700 P	49
Fig. 26	Structure de la tourelle à lampes	52
Fig. 27	Support D2HKL monté dans l'espace de la lampe	53
Fig. 28	D2HKL avec support, démonté de l'espace de la lampe et déposé	53
Fig. 29	Sélection de la fenêtre lampe/élément	54
Fig. 30	Fenêtre Lamp turret	55
Fig. 31	Fenêtre Spectrometer - Energy	56

Fig. 32	Eléments du compartiment d'échantillons	57
Fig. 33	Fenêtre Furnace - Control	58
Fig. 34	Four à tube en graphite ouvert avec tube en graphite mis en place	59
Fig. 35	Installation de l'AS-GF	62
Fig. 36	Alignement de l'AS-GF avec vis de réglage et vis d'ajustage 1	63
Fig. 37	Ajustage de l'AS-GF	64
Fig. 38	Raccordements au système brûleur / nébuliseur	66
Fig. 39	Technique de flamme, alimentation manuelle des échantillons	67
Fig. 40	AAS avec passeur d'échantillon AS-FD et SFS 6	69
Fig. 41	Face arrière du passeur d'échantillon AS-FD	71
Fig. 42	Doseur sur le module fluidique de l'AS-FD	71
Fig. 43	SFS 6 installé sur le ZEEnit 700 P	72
Fig. 44	Vis sur la mâchoire avant du brûleur	74
Fig. 45	Rail de fixation/Vis moletées sur le dispositif Scraper	74
Fig. 46	Vis de blocage four à tube graphite	81
Fig. 47	Four sorti, côté droit	82
Fig. 48	Four sorti	82
Fig. 49	Four sorti, ouvert, côté gauche	83
Fig. 50	Chariot du four sorti	83
Fig. 51	Four partiellement retiré hors de l'aimant Zeeman	84
Fig. 52	Vue du dessous sur le four	85
Fig. 53	Outillage du four	86
Fig. 54	Electrode partiellement sortie	86
Fig. 55	Electrode avec outil s'insertion contre la mâchoire	87
Fig. 56	Paroi du four, éjectée partiellement	88
Fig. 57	Paroi du four, prête à être insérée	89
Fig. 58	Démontage du système de brûleur/nébuliseur	91
Fig. 59	Chambre de mélange et nébuliseur démontés pour nettoyage	92
Fig. 60	Retrait du nébuliseur hors de la chambre de mélange	92
Fig. 61	Raccords vissés du brûleur	94
Fig. 64	Pièces du nébuliseur	96
Fig. 65	Capteur du brûleur	96
Fig. 66	Fenêtre Autosampler/Function tests dans ASpect LS	98
Fig. 67	Tuyau de dosage sur l'AS-GF	98
Fig. 68	Doseur sur l'AS-GF et l'AS-FD	100

# Sommaire des tableaux

Tableau 1	Domaines d'application des différents types de tube graphite	28
Tableau 2	Pièces du four et utilisations	28
Tableau 3	Gaz dans la technique à tube graphique	43
Tableau 4	Gaz dans la technique à flamme	43
Tableau 5	Exigences posées au dispositif d'aspiration	44
Tableau 6	Branchements sur le groupe de refroidissement KM 5	44
Tableau 7	Dimensions et poids des composants du ZEEnit 700 P	45
Tableau 8	Sommaire des travaux de maintenance	77
Tableau 9	Aperçu des fusibles	78

# 1 Informations élémentaires

Le ZEEnit 700 P est conçu pour être utilisé par un personnel qualifié dans le respect des présentes instructions d'utilisation.

Ces instructions d'utilisation vous informent sur la structure et le fonctionnement du ZEEnit 700 P et donnent au personnel d'exploitation familiarisé avec les analyses les connaissances indispensables pour manipuler l'appareil et ses composants en toute sécurité. Les instructions d'utilisation délivrent par ailleurs des instructions relatives à la maintenance et à l'entretien de l'appareil ainsi que des informations sur les causes possibles d'éventuels dérangements et la manière de les éliminer.

Conventions Les instructions nécessitant de suivre un ordre chronologique sont numérotées et résumées en unités de procédure.

Les **avertissements** sont identifiés par un triangle de signalisation et un mot-clé. On mentionne le type et la source ainsi que les conséquences du danger et on donne des instructions visant à éviter le danger.

Les composants du **programme de commande et d'évaluation** sont signalés comme suit :

- Les termes du logiciel sont indiqués par des LETTRES MAJUSCULES (p. ex. menu FILE).
- Les boutons sont représentés par des crochets (p. ex. [OK]).
- Les options de menu sont séparées par des flèches (p. ex. FILE > OPEN).

Symboles et mots-clés

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



### AVERTISSEMENT

Désigne une situation potentiellement dangereuse, susceptible d'entraîner la mort ou de très graves blessures (maladies/affectations invalidantes).



#### ATTENTION

Désigne une situation potentiellement dangereuse, susceptible d'entraîner des blessures légères ou modérées.



#### NOTE

Donne des informations sur de potentiels dommages matériels ou causés à l'environnement.

## 1.1 Utilisation conforme à l'usage prévu

Le spectrophotomètre d'absorption atomique ZEEnit 700 P est un spectromètre compact tandem avec un atomiseur à tube graphite à chauffe transversale avec correction du fond Zeeman sur le four et un atomiseur à flamme avec une correction du fond Deuterium. Le four à tube graphite Zeeman et le dispositif à flamme sont disposés dans deux compartiments à échantillons séparés, les distributeurs d'échantillons correspondants sont suspendus dans les parois des compartiments à échantillons. Le ZEEnit 700 P permet ainsi d'effectuer des mesures successivement en technique de flamme et de tube graphique sans équipement supplémentaire. Des systèmes aux hydrures pour un fonctionnement continu et par lot sont disponibles comme accessoires pour la technique aux hydrures et la technique HydrEA sous forme de dispositif de couplage avec le four à tube graphite. Le four à tube graphite possède outre l'ouverture de pipetage pour les échantillons liquides une ouverture latérale pour les échantillons solides et est conçu pour l'analyse directe des solides en liaison avec le distributeur d'échantillons solides manuel ou automatique.

Le ZEEnit 700 P doit être utilisé uniquement pour la spectrométrie d'absorption atomique avec les techniques décrites dans le présent document. Toute utilisation s'écartant de l'utilisation conforme décrite dans ce document entraîne des restrictions de garantie et de responsabilité du fabricant en cas de dommage.

En cas de non-respect des consignes de sécurité lors de la manipulation du ZEEnit 700 P, cette utilisation est considérée comme non conforme à l'usage prévu. Les consignes de sécurité sont apposées notamment sur l'appareil et sont indiquées à la section « Consignes de sécurité » p. 9 ainsi que dans la description des étapes de travail correspondantes.

# 2 Consignes de sécurité

## 2.1 Consignes de base

Pour votre propre sécurité, veuillez lire le présent chapitre avant la mise en service afin d'assurer le fonctionnement sûr et sans perturbations du ZEEnit 700 P.

Observez toutes les consignes de sécurité figurant dans les présentes instructions d'utilisation ainsi que l'ensemble des messages et des remarques affichés par le logiciel de commande et d'évaluation ASpect LS sur l'écran de l'appareil.

Outre les consignes de sécurité énoncées dans ces instructions d'utilisation et les règles de sécurité locales s'appliquant à l'utilisation de l'appareil, respectez les dispositions générales en vigueur en matière de prévention des accidents ainsi que les prescriptions relatives à la sécurité au travail et à la protection de l'environnement.

Les mentions de danger potentiel ne remplacent pas les règles de sécurité au travail qui doivent être respectées.

## 2.2 Marquage de sécurité sur l'appareil

Si les symboles d'avertissement et d'alerte sont endommagés ou manquants, il y a un risque de manipulation incorrecte entraînant des dommages corporels et matériels ! Il est interdit de retirer les plaquettes de sécurité ou de les humidifier au méthanol ! Remplacer immédiatement les plaquettes endommagées !

Respecter les panneaux de signalisation sur l'appareil ! Les panneaux d'avertissement suivants sont apposés sur le ZEEnit 700 P :



Fig. 1 Panneaux d'avertissement sur le ZEEnit 700 P

- 1 Panneau d'avertissement sur l'intérieur de la porte du compartiment des lampes
- 2 Panneau d'avertissement dans le compartiment à échantillons du four à tube graphite
- 3 Panneau d'avertissement dans le compartiment à échantillons de la flamme



- 4 Panneau d'avertissement au dos du ZEEnit 700 P
- 5 Panneau d'avertissement à côté de la prise de raccordement
- 6 Panneau d'avertissement sur le recouvrement des fusibles secteur

### 2.3 Exigences posées au personnel d'exploitation

Le ZEEnit 700 P doit être utilisé uniquement par du personnel qualifié et formé à sa manipulation. Cette formation doit également comprendre la transmission des contenus des présentes instructions d'utilisation et de celles des autres composants du système.

Outre les consignes relatives à la sécurité au travail énoncées dans ces instructions d'utilisation, il convient de respecter les consignes générales de sécurité et de prévention des accidents en vigueur dans le pays d'utilisation. L'utilisateur doit s'informer de l'état actuel de la réglementation.

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

## 2.4 Consignes de sécurité relatives au transport et à l'installation

Respecter les consignes suivantes :

- L'installation du ZEEnit 700 P doit être effectuée uniquement par le service clientèle d'Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle. Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation de son propre chef. Une installation incorrecte peut entraîner des dangers considérables.
- Le ZEEnit 700 P pèse 225 kg. Utiliser un chariot élévateur pour le transport de l'appareil.
- Quatre personnes sont nécessaires pour déplacer l'appareil dans le laboratoire au moyen des quatre poignées vissées.
- Risque pour la santé en cas de mauvaise décontamination ! Avant de retourner l'appareil à Analytik Jena, effectuer une décontamination dans les règles de l'art et la documenter. Le protocole de décontamination est disponible auprès du service clientèle lors de la déclaration du retour. Analytik Jena est tenue de refuser les appareils contaminés. L'expéditeur peut être tenu responsable des dommages causés par une décontamination insuffisante de l'appareil.

Protection contre les explosions et contre l'incendie

- Il est interdit d'utiliser le ZEEnit 700 P dans un environnement à haut risque d'explosion.
- Il est interdit de fumer ou de manipuler des flammes nues sur le lieu d'installation du ZEEnit 700 P !
- L'exploitant est chargé de définir un régime de contrôle pour assurer l'étanchéité des raccords de protoxyde d'azote et d'acétylène.

## 2.5 Consignes de sécurité relatives à l'exploitation

- L'utilisateur du ZEEnit 700 P est tenu de s'assurer avant chaque mise en service du bon état de l'appareil, y compris de ses dispositifs de sécurité. Cela vaut en particulier après chaque modification, extension ou réparation de l'appareil.
- L'appareil doit uniquement être utilisé si tous les dispositifs de sécurité (p. ex. capots 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 ou mis hors service pendant l'exploitation.
- Les modifications, transformations et extensions réalisées sur l'appareil ne peuvent être effectuées qu'après avoir consulté Analytik Jena. Toute modification non autorisée peut limiter la sécurité d'utilisation de l'appareil et entraîner des limitations de garantie et d'accès au service après-vente.
- Pendant l'exploitation, garantir en permanence une bonne accessibilité aux raccords et à l'interrupteur secteur sur la paroi droite de l'appareil et au bloc multiprise.
- Les dispositifs d'aération de l'appareil doivent être en état de marche. Les grilles et fentes d'aération recouvertes, etc. peuvent entraîner des dysfonctionnements ou des dommages à l'appareil.

Respecter un écart de 150 mm minimum entre l'appareil et les composants du système par rapport aux murs et aux dispositifs voisins.

 Empêcher tout liquide de s'infiltrer dans l'appareil. Il risquerait de causer un courtcircuit.

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

Les travaux sur les composants électriques du ZEEnit 700 P doivent uniquement être effectués par un électricien conformément aux règlements électrotechniques en vigueur. L'appareil est soumis à des tensions électriques mortelles ! Le contact avec les composants sous tension peut entraîner la mort, des blessures graves ou des électrocutions douloureuses.

Respecter les consignes suivantes :

- La fiche secteur doit uniquement être raccordée à une prise CEE en parfait état afin d'assurer la classe de protection I (raccordement du conducteur de protection) de l'appareil. L'appareil doit uniquement être raccordé à des sources d'alimentation présentant la même tension que celle qui est indiquée sur la plaque signalétique. L'effet protecteur ne doit pas être neutralisé par une rallonge dépourvue de conducteur de protection.
- Toujours arrêter le ZEEnit 700 P et les composants de son système avant de les relier ensemble.
- Raccorder les composants supplémentaires qui communiquent ensemble (p. ex. système à hydrures, PC, moniteur, imprimante) sur le bloc multiprise fourni. Le compresseur nécessite une alimentation électrique séparée. Lors du branchement de ses propres composants sur le bloc multiprise fourni, respecter le courant de fuite maximal admissible.
- Avant d'ouvrir l'appareil, l'éteindre via l'interrupteur de l'appareil et retirer la fiche secteur de la prise !
- Avant de procéder aux travaux sur l'installation électrique, arrêter impérativement le ZEEnit 700 P et débrancher la fiche secteur. L'alimentation électrique n'est complètement interrompue qu'en débranchant la fiche secteur. Une tension est toujours présente au niveau du bloc multiprise lorsque le ZEEnit 700 P est arrêté à l'aide de l'interrupteur secteur situé sur la paroi latérale droite. Le branchement du bloc multiprise du ZEEnit 700 P est protégé sur les deux conducteurs par un fusible, à la fois sur le conducteur L (phase) et sur le conducteur N (neutre). En cas d'erreur, cela peut signifier que les composants raccordés sont certes alimentés en tension via le conducteur L mais qu'aucun courant ne peut circuler via le conducteur N. Ainsi, sans examen plus approfondi, les appareils raccordés semblent être hors tension, ce qui n'est pas le cas en réalité.
- Tous les travaux sur le système électronique (sous l'habillage de l'appareil) doivent uniquement être effectués par le service clientèle d'Analytik Jena et par un personnel qualifié spécialement autorisé.

#### 2.5.2 Risques liés au fonctionnement de la flamme et du four à tube graphite

 La HKL, la D<sub>2</sub>-HKL, le tube graphite chauffé (T > 1000 °C) et la flamme du brûleur émettent un rayonnement optique (plages UV et visible). Ne jamais regarder le rayonnement des lampes, le tube graphite ou la flamme sans lunettes de protection UV. Protéger la peau des rayonnements UV. Avant d'ouvrir la porte du compartiment des lampes, éteindre les lampes via le logiciel de commande et d'évaluation ASpect LS : Dans la fenêtre SPECTROMETER / CONTROL dans la zone OPTICAL PARAMETERS, régler le courant de lampe exprimé en [mA] sur zéro.

Dans la liste déroulante BACKGROUND CORRECTION, sélectionner l'option NO BACKGROUND. Cliquer sur [CONFIGURE]. Répondre par la négative au message d'erreur.

Placer le miroir à main d'observation de la position des échantillons ou du séchage des échantillons liquides uniquement à gauche du four à tube graphite dans la trajectoire du faisceau. Toute observation à droite du four entraîne un risque de réflexion du rayonnement UV.

- Laisser brûler la flamme uniquement lorsque la porte du compartiment à échantillons (vitre de sécurité) est fermée et sous surveillance. Garantir le bon fonctionnement du détecteur de flamme.
- Lors de l'utilisation de la technique d'hydrures, travailler uniquement lorsque la porte du compartiment à échantillons (vitre de sécurité) est fermée.
- La pression du gaz combustible ne doit pas passer au-dessous de 70 kPa pour empêcher un retour de la flamme. Le pressostat interne arrête automatiquement le ZEEnit 700 P si cette condition n'est pas remplie. Surveiller également la pression de l'arrivée de gaz indiquée sur le manomètre.
- Des champs de dispersion électromagnétiques avec des densités de flux ≤ 100 µT apparaissent dans l'environnement du compartiment à échantillons en raison du champ magnétique unipolaire Zeeman ; ils sont des valeurs de densité de flux maximales comprises entre 0,5 et 1,0 Tesla.
   Pendant les travaux effectués avec le ZEEnit 700 P, les personnes avec des stimulateurs cardiaques ne doivent pas se tenir dans le voisinage !
- Lors de l'utilisation de la technique à four graphite, ne jamais regarder l'ouverture du tube graphite sans lunettes de protection. Les projections de matériel d'échantillonnage et les particules en graphite brûlantes peuvent causer des blessures sur les yeux et le visage.
- En mode par flamme ou à four graphite, l'appareil est sujet à des températures élevées. Ne pas toucher les pièces chaudes comme la tête du brûleur ou le four à tube graphite pendant ou directement après une mesure. Respecter les phases de refroidissement.
- Ne pas porter de bijoux (métalliques), et plus particulièrement des colliers, pendant les travaux effectués sur le ZEEnit 700 P. Sans quoi, il y a un risque de court-circuit avec le four chauffé de manière électrique. Les bijoux risquent d'atteindre des températures très élevées et de causer des brûlures.
- En mode Zeeman avec une intensité du champ magnétique 1,0 Tesla, le niveau sonore peut s'élever à 75 dBA. En cas de retour de la flamme protoxyde d'azote-acétylène dans la chambre de mélange, le niveau acoustique à court terme est inférieur à 130 dBA.

#### 2.5.3 Consignes de sécurité relatives à la formation d'ozone et de vapeurs toxiques

En interaction avec l'air ambiant, le rayonnement UV émis par la lampe à cathode creuse (HKL, D<sub>2</sub>-HK) et par la flamme N<sub>2</sub>O-acétylène engendre des concentrations en ozone toxiques particulièrement élevées. Par ailleurs, les échantillons et leur préparation peuvent générer des sous-produits toxiques.

Respecter les consignes suivantes :

- Le ZEEnit 700 P doit uniquement être utilisé avec un dispositif d'aspiration actif.
- Toujours laisser le compartiment à échantillons fermé lorsque la flamme est allumée.

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

Respecter les consignes suivantes :

- Les gaz nécessaires au fonctionnement (argon, acétylène et protoxyde d'azote) proviennent de bonbonnes ou d'installations locales de gaz sous pression. Veiller à ce que les gaz aient le niveau de pureté exigé.
- L'oxygène pur ou l'air enrichi en oxygène ne doivent pas être utilisés comme oxydants dans la technique par flamme. Il y a un risque d'explosion.
- Les travaux sur les bonbonnes et installations de gaz sous pression doivent uniquement être effectués par des personnes disposant des connaissances et d'une expérience spécifiques sur les installations de gaz sous pression.
- Les consignes de sécurité et les directives en vigueur sur le lieu d'exploitation de l'appareil pour l'utilisation de bonbonnes ou d'installations de gaz sous pression doivent être respectées dans leur intégralité.
- Les conduites sous pression et les détendeurs doivent être utilisés uniquement pour les gaz auxquels ils sont affectés.
- Les conduites de distribution, les raccords vissés et le détendeur du protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O) doivent être exempts de graisse.
- Attention aux fuites d'acétylène ! Au contact de l'air, l'acétylène forme des mélanges facilement inflammables. Le gaz s'identifie à son odeur similaire à l'ail.
- La bouteille d'acétylène doit uniquement être utilisée à la verticale et sécurisée pour l'empêcher de tomber. Lorsque la pression de la bouteille est inférieure à 100 kPa, remplacer la bouteille d'acétylène pour empêcher l'acétone de pénétrer dans le bloc de distribution automatique du gaz.
- L'exploitant doit effectuer toutes les semaines des inspections de sécurité visant à contrôler l'état général et l'étanchéité sur toutes les alimentations en gaz et raccords de gaz jusqu'à l'appareil. Pour ce faire, il faut constater une éventuelle chute de pression dans les systèmes et conduites sous pression raccordés. Remédier immédiatement aux fuites et aux dommages.
- Avant de procéder aux travaux d'inspection, de maintenance et de réparation, couper l'alimentation en gaz !
- Une fois la réparation et la maintenance effectuées sur les composants des bonbonnes ou installations de gaz sous pression, contrôler le bon fonctionnement de l'appareil avant de le remettre en service !
- Il est interdit d'effectuer les travaux de montage et d'installation soi-même !
- Dès qu'une bouteille de gaz a été remplacée, bien aérer l'emplacement de la bouteille.

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

L'exploitant porte la responsabilité 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, respecter les consignes de sécurité et les réglementations locales en vigueur.
- Respecter toujours les instructions figurant sur les étiquettes. N'utiliser que des récipients étiquetés. Pour manipuler les échantillons, porter une tenue de protection adéquate (blouse de laboratoire, lunettes de protection et gants en caoutchouc).
- Le ZEEnit 700 P doit uniquement être utilisé sous une hotte d'aspiration en service (risque de formation d'ozone, gaz combustibles des échantillons, sous-produits toxiques et inflammables utilisés pour la préparation des échantillons.)
- Tenir les substances inflammables et explosives éloignées de la flamme.
- Les travaux de nettoyage nécessitant l'usage d'acide fluorhydrique doivent être exécutés dans une hotte de laboratoire. Il convient de porter un tablier en caoutchouc, des gants et un masque facial pour manipuler l'acide fluorhydrique.
- Le borohydrure de sodium (NaBH<sub>4</sub>) est fortement corrosif, hygroscopique et extrêmement agressif en solution. Éviter de laisser goutter ou d'envoyer des gouttes de la solution d'agent réducteur.
- Les échantillons biologiques doivent être traités conformément aux spécifications locales sur la manipulation du matériel infectieux.
- En cas de mesures sur un matériau contenant du cyanure, s'assurer que de l'acide cyanhydrique ne puisse pas se former dans le flacon de déchets, c.-à-d. que la solution déchet ne doit pas faire de réaction acide.
- Dévier le liquide résiduel en provenance du nébuliseur et du passeur d'échantillons dans le flacon de déchets fourni.
- L'exploitant est responsable de l'élimination des déchets, p. ex. réfrigérant purgé ou liquide résiduel dans le flacon de déchets, conformément aux prescriptions locales et dans le respect de l'environnement.

Méthylisobutylcétone (MIBK)	inflammable, hautement volatil, malodorant
Toluène	inflammable, nocif pour la santé
Kérosène	inflammable, dangereux pour le milieu aquatique, no- cif pour la santé
Méthanol, éthanol, propanol	inflammable, hautement toxique pour le premier et le troisième
Tétrahydrofurane (THF)	inflammable, nocif pour la santé, hautement volatil, dissout le polyéthylène et le polystyrène

Cette liste n'est pas exhaustive dans la mesure où d'autres solvants peuvent entrer en jeu dans le cadre de l'exploitation du ZEEnit 700 P. En cas de doute sur les dangers éventuels, s'adresser au fabricant.

Exemples de solvants organiques

#### 2.5.6 Décontamination après des impuretés biologiques

Respecter les consignes suivantes :

- Il est de la responsabilité de l'exploitant qu'une décontamination raisonnable soit effectuée, dans le cas où l'appareil a été pollué à l'extérieur ou à l'intérieur par des substances dangereuses.
- Retirer et nettoyer les éclaboussures, les gouttes ou les produits renversés avec un matériel absorbant tel que du coton, des lingettes de laboratoire ou de la cellulose. Puis essuyer les endroits concernés avec un désinfectant adéquat, p. ex. solution Incidin Plus. Sécher les zones nettoyées.
- Avant d'employer un autre procédé de nettoyage ou de décontamination que celui prescrit par le fabricant, s'assurer auprès de ce dernier que le procédé prévu n'endommage pas l'appareil. Les plaques de sécurité apposées sur le ZEEnit 700 P ne doivent pas être éclaboussées de méthanol.

### 2.6 Marche à suivre en cas d'urgence

- En l'absence d'un risque de blessure direct, dans les situations dangereuses ou en cas d'accident, arrêter immédiatement le ZEEnit 700 P à l'aide de l'interrupteur secteur situé sur la paroi latérale droite. Débrancher la fiche secteur du raccordement au réseau.
- Il est absolument nécessaire de pouvoir accéder librement à la fiche secteur.
- Arrêter les composants installés à l'aide de l'interrupteur secteur du bloc multiprise raccordé. Pour ce faire, placer le bloc multiprise de manière à pouvoir y accéder rapidement. Note ! Côté PC, il y a un risque de perdre des données et d'endommager le logiciel d'exploitation !
- Après l'arrêt de l'appareil, fermer l'alimentation en gaz le plus rapidement possible.

## 2.7 Consignes de sécurité relatives à la maintenance et à la réparation

- La maintenance du ZEEnit 700 P doit uniquement être effectuée par le service clientèle d'Analytik Jena ou par un personnel qualifié autorisé et formé par elle. Une maintenance effectuée de son propre chef peut dérégler ou endommager l'appareil. C'est pourquoi l'utilisateur ne doit fondamentalement effectuer que les actions décrites au chapitre « Entretien et maintenance » p 76.
- Pour le nettoyage extérieur du ZEEnit 700 P, utiliser uniquement un chiffon légèrement humide qui ne s'égoutte pas. Ce faisant, utiliser uniquement de l'eau et, le cas échéant, des surfactants courants.
- Pour le nettoyage du compartiment à échantillons et des voies de transport d'échantillon (tuyauterie) du ZEEnit 700 P, l'exploitant doit définir des mesures de sécurité – surtout pour tout ce qui concerne le matériel contaminé et infectieux.
- En cas de libération d'eau ou d'autres liquides, p. ex. parce que le circuit de refroidissement fuit, contacter le service clientèle.
- N'utilisez que des pièces détachées, des pièces d'usure ou des consommables originaux. Ceux-ci sont testés et garantissent un fonctionnement sûr. Les pièces en verre sont des pièces d'usure et ne sont pas couvertes par la garantie.

# 3 Fonction et structure

### 3.1 Principe de fonctionnement du ZEEnit 700 P

#### 3.1.1 Techniques AAS avec le ZEEnit 700 P

Le ZEEnit 700 P en tant qu'appareil compact avec deux compartiments à échantillons séparés intègre toutes les techniques d'atomisation importantes en association avec les distributeurs d'échantillons et les accessoires correspondants :

- Technique à tube graphite d'échantillons liquides
- Technique à tube graphite d'échantillons solides
- Technique à flamme stationnaire et comme technique d'injection
- Technique hydrure et technique à vapeur froide au mercure
- Technique HydrEA comme couplage de la technique aux hydrures et à tube graphite.



Fig. 3 ZEEnit 700 P

L'élément principal du fonctionnement à tube graphite est un four à tube graphite à chauffe transversale, selon une disposition verticale géométrique, avec un champ magnétique à action transversale selon le principe Zeeman inversé. Le four à tube graphite convient pour l'analyse directe de solides en raison de son ouverture d'entrée des échantillons horizontale, située à gauche, supplémentaire, en association avec le distributeur d'échantillons solides SSA 6 ou le SSA 600 automatique. La dissolution de l'échantillon nécessitant beaucoup de temps et susceptible d'entraîner une contamination (source d'erreur essentielle de l'analyse des solutions) est alors superflue.

Pour le mode Flamme, le ZEEnit 700 P est conçu comme appareil 2 faisceaux et peut être utilisé en mode 1 faisceau. L'élément principal du mode Flamme est le système nébuliseur - chambre de mélange avec une nébulisation stable, indépendante de la direction.

Pour la technique d'injection par flamme, le commutateur d'injection synchronisé SFS 6 est disponible ; il réunit les segments d'échantillons en un flux de solution porteuse constante via une commutation de soupape.

La technique aux hydrures et la technique HydrEA avec les systèmes aux hydrures de la nouvelle génération (HS 50, HS 55 modular, HS 60 modular) sont les procédés favorisés pour la détermination ultra-sensible des éléments générant les hydrures As, Bi, Sb, Se, Sn, Te et celle de Hg. La technique HydrEA (technique aux hydrures avec atomisation électrothermique) est basée sur les hydrures métalliques ou la vapeur de mercure qui sont enrichis avec le tube graphite revêtu d'iridium ou d'or et atomisés à 2100 °C ou 800 °C.

#### 3.1.2 Principe optique

Le ZEEnit 700 P est un appareil à 2 faisceaux, utilisé selon la technique en mode 1 faisceau ou 2 faisceaux. La tourelle à 8 lampes (11, Fig. 4) est disposée verticalement sur le côté gauche. La tourelle à lampes reçoit des lampes à cathode creuse 1,5" (HKL) comme source de rayonnement primaire. Une lampe à cathode creuse Deuterium (D2HKL) (2, Fig. 4) pour la compensation du fond classique se trouve en plus à gauche.

Un séparateur de faisceaux optique (1, Fig. 4) avec des champs de réflexion et de transmission dans un motif en losange réunit le rayonnement de la lampe HKL primaire active et le rayonnement continu de la lampe D2HKL et les sépare simultanément en faisceau de l'échantillon et de référence. Les trajectoires de faisceau identiques avec une séparation et une densité identiques de faisceau dans l'angle solide utilisé pour les deux sources de rayonnement permettent avec la lampe D2HKL une compensation du fond jusqu'à l'extinction 2,0.

Le faisceau de l'échantillon passe successivement les deux compartiments à échantillons et est déplacé de 40 mm en profondeur via les deux miroirs (9, Fig. 4) entre les compartiments à échantillons. Le faisceau de référence est guidé derrière les deux compartiments à échantillons. Un miroir à secteur en rotation (6, Fig. 4) avec des secteurs de transmission et de réflexion à 90° réunit le faisceau de l'échantillon et de référence.

Pour la technique à tube graphite avec une correction du fond Zeeman, le ZEEnit 700 P fonctionne comme appareil à un faisceau sans lampe D2HKL, mais avec un polariseur cristallin mobile (7, Fig. 4) dans la trajectoire du faisceau. Dans le même temps, le séparateur de faisceaux mobile est amené pour le rayonnement HKL sur la position de réflexion 100 %. Le four à tube graphite Zeeman fournit des composants du rayonnement avec une orientation verticale et horizontale. Le polariseur cristallin laisse passer tous les composants du rayonnement avec une orientation verticale sans déviation, les composants du rayonnement avec une orientation horizontale sont déviés jusqu'à ce qu'ils arrivent complètement sur le diaphragme à fente à côté de la fente d'entrée, même avec la plus grande largeur de fente (0,6 mm). Dans toutes les autres techniques, le polariseur cristallin se trouve en dehors de la trajectoire du faisceau.



- 1 Miroir du séparateur de faisceaux
- 2 Lampe à cathode creuse Deuterium (D2HKL)
- 3 Miroir monochromateur
- 4 Fente d'entrée, grille, fente de sortie
- 5 Photomultiplicateur
- 6 Miroir à secteur
- 7 Polariseur cristallin

- 8 Brûleur dans le compartiment à échantillons de la flamme
- 9 Miroir entre les compartiments à échantillons
- 10 Electrodes avec tube à four graphite dans le compartiment à échantillons du four
- 11 Tourelles avec 8 lampes à cathode creuse

Le faisceau de l'échantillon ou les faisceaux réunis de référence / de l'échantillon sont représentés sur la fente d'entrée d'un monochromateur à grille de polarisation (3 et 4, Fig. 4), qui est équipé de fentes fixes d'une largeur de bande de 0,2 nm / 0,5 nm / 0,8 nm / 1,2 nm. Le monochromateur sélectionné la longueur d'onde de résonance spécifiée pour l'élément. Le réglage de la longueur d'onde du monochromateur s'effectue selon le nombre de pas théorique, basé sur la ligne Pb 405,8 nm comme lieu d'initialisation et corrige du montant qui résulte de la courbe d'appui de la longueur d'onde existante comme tracé polygonal et spécifique à l'appareil. 9 points d'appui sont répartis régulièrement sur la zone de la longueur d'onde de l'ordre zéro jusqu'à 900 nm.

Un programme de recherche des pics sert à trouver le maximum de la ligne correspondant. Le réglage de la longueur d'onde s'effectue via un entraînement de longueur d'onde fonctionnant avec un moteur pas à pas, disposant d'une résolution de 0,005 nm par pas.

Un photomultiplicateur (5, Fig. 4) à la sortie du monochromateur mesure en synchronisation avec la cadence des sources lumineuses l'intensité du rayonnement qui survient.

#### 3.1.3 Principe de mesure

L'absorption spécifique à l'élément du rayonnement d'une lampe à cathode creuse est mesurée via les atomes dans l'état fondamental. Le signal d'absorption constitue alors une dimension pour la concentration de l'élément concerné dans l'échantillon analysé. La lampe HKL fournit un spectre de ligne à partir duquel une ligne de résonance adaptée est obtenue à travers le monochromateur.

Technique à tube graphite avec correction du fond Zeeman Un champ alternatif magnétique horizontale, unipolaire avec une fréquence de 200 Hz est créé sur le four à tube graphite. Dans le champ alternatif, les niveaux d'absorption des atomes de l'analyte de la ligne d'analyse actuelle sont divisés en composants  $\sigma$ +,  $\sigma$ - polarisés horizontalement et en composants  $\pi$  polarisés verticalement. Le polariseur cristallin placé en aval laisse passer tous les composants du rayonnement avec une orientation verticale sans déviation, les composants du rayonnement avec une orientation horizontale sont déviés jusqu'à ce qu'ils n'arrivent plus dans la fente d'entrée. Dans les deux phases de mesure "Champ magnétique activé" et "Champ magnétique désactivé", seules les fractions perpendiculaires au champ magnétique, donc seules les fractions polarisées verticalement, du rayonnement HKL sont prises en compte. Il est obligatoire de renoncer à la moitié de l'intensité du rayonnement HKL :

- Dans la phase de mesure "Champ magnétique activé" aux composants σ+, σ–
- Dans la phase de mesure "Champ magnétique désactivé" à la moitié du rayonnement total oscillant dans toutes les directions de la lampe HKL

Dans la phase de mesure "Champ magnétique désactivé", le signal d'absorption non influencé existe, le spectromètre mesure la somme de l'absorption spécifique et de l'absorption non spécifique. Dans la phase de mesure "Champ magnétique activé", seul le composant  $\pi$  est saisi. Aucune absorption spécifique à l'élément ne s'effectue cependant, seule une atténuation a lieu en raison des molécules et des particules qui ne présentent pas d'effet Zeeman dans le champ magnétique. L'absorption non spécifique est mesurée directement sur la ligne d'analyse.

La soustraction des signaux des deux phases de mesure fournit l'absorption spécifique à l'élément.

Pour les deux signaux, la source du rayonnement, la trajectoire du faisceau, la longueur d'onde de mesure, la polarisation et le canal de réception sont entièrement identiques, donc, avec un faisceau (ici, un appareil à un faisceau), un effet de double faisceau véritable est obtenu. Le dispositif de quasi double faisceau fournit une stabilité des lignes de base extrêmement bonne.

Le rayonnement continu de la lampe D2HKL est utilisé pour la compensation de l'absorption du fond. Le rayonnement de l'émetteur linéaire (lampe HKL primaire) avec sa ligne de base extrêmement étroite (ligne de résonance) est atténué spécifiquement à l'élément et non spécifiquement en raison de la dispersion. L'absorption totale est ce faisant saisie. Le rayonnement de la lampe D2HKL est atténué pour l'essentiel par l'absorption non spécifique à l'élément et à large bande, la fraction minimale spécifique à l'élément est négligeable. La soustraction des deux signaux fournit l'absorption spécifique à l'élément.

Les intensités des deux sources de rayonnement sont contrôlées automatiquement et suivies le cas échéant.

Techniques avec une correction du fond Deuterium

## 3.2 Atomiseur électrothermique avec aimant Zeeman

Le four à tube graphite (atomiseur électrothermique, EA) a une importance centrale pour les travaux effectués dans le domaine EA et avec la technique HydrEA.

Caractéristiques du four à tube graphite

- Rapports de température constants sur toute la longueur du tube en raison du design du tube graphite à chauffe transversale
- Réalisation des courbes de température-temps linéaires basée sur un modèle de commande sans détecteur, à l'aide des paramètres thermoélectriques enregistrés et d'un réglage adaptatif
- Des courants de gaz de protection indépendants les uns des autres et symétriques par rapport au milieu du four, assurant un nettoyage efficace du tube graphite et des fenêtres du four et le transport rapide et sûr des produits de décomposition thermiques de l'échantillon.

Faible consommation de gaz de protection avec parallèlement une bonne protection contre les effets de l'oxygène atmosphérique.

Les avantages analytiques de la technique au four graphite utilisée en liaison avec le compensateur du fond résident dans la facilité d'analyse des traces et des ultra-traces sur les échantillons réels dotés d'une matrice complexe.

Au cours de l'analyse, chaque échantillon est soumis au programme de four (programme température-temps) dans le but de sécher l'échantillon aqueux et de séparer les substances indésirables avant l'atomisation.

Le programme de four est composé de quatre étapes fondamentales :

- Séchage de l'échantillon
- Prétraitement thermique, séparation (incinération ou pyrolyse) des substances indésirables contenues dans l'échantillon (matrice)
- Atomisation de l'échantillon
- Nettoyage du tube graphite et préparation pour la mesure suivante.

L'utilisateur optimise ces étapes à l'aide du logiciel de commande WINAAS pour chaque problème d'analyse.

#### 3.2.1 Principe de la correction du fond selon Zeeman



Fig. 5 Principe de la spectroscopie d'absorption atomique Zeeman inverse

01	Atomiseur	А	Analyseur - Polariseur
02	Fente d'entrée	М	Monochromateur
03	SEV	0A	Axe optique
1	Phase 1 – Mesure de l'absorption totale	2	Phase 2 - Mesure de l'absorption du fond
11	Fond, aucune polarisation	21	Fond, aucune polarisation
12	Analyte, aucune polarisation	σ+,	π, σ -
13	Emission HKL, toutes les directions de polari- sation		Analyte, divisé par le champ magnétique a niveau de la longueur d'onde et de la direction de polorization
14	14 Rayonnement séparé dans l'espace en raison du polariseur-analyseur sur la fente d'entrée	23	Emission HKL, toutes les directions de
15	Lumière polarisée uniquement verticalement,		polarisation
	atténuée par l'analyte et le fond	24	Rayonnement séparé dans l'espace en rais du polariseur-analyseur sur la fente d'entre
		25	Lumière polarisée uniquement verticaleme atténuée par le fond

# Effet Zeeman inverse et transversale

Un effet Zeeman désigne la scission du niveau d'énergie des électrons et en conséquence des niveaux d'absorption sous l'action d'un champ magnétique important. Si le champ magnétique agit sur l'électron atomique de l'échantillon dans l'atomiseur (four à tube graphite), on parle d'un effet Zeeman inversé. Une disposition Zeeman transversale existe lorsque le faisceau de mesure optique (l'observation) est disposé perpendiculairement au champ magnétique.

Avec un effet Zeeman normal, les niveaux d'absorption des atomes de l'analyte exposés au champ magnétique se divisent en un composant  $\pi$  sans décalage de la longueur d'onde et deux composants  $\sigma$ +,  $\sigma$ <sup>-</sup> avec décalage de la longueur d'onde. Avec un effet Zeeman anormal, plus d'un composant  $\pi$  sans décalage de la longueur d'onde et plus de deux composants  $\sigma$  avec décalage de la longueur d'onde surviennent.

Le composant  $\pi$  et les composants  $\sigma$  absorbent différentes fractions du rayonnement total HKL qui se distinguent par la direction de polarisation :

- La capacité d'absorption du composant π se situe en direction du champ magnétique perpendiculairement à la direction du rayonnement dans le plan méridien (horizontalement).
- La capacité d'absorption du composant σ (σ<sup>+</sup>, σ<sup>-</sup>) se situe perpendiculairement au champ magnétique et dans la direction du rayonnement dans le plan sagittale (verticalement).

Les composants  $\sigma$  présentent la moitié de l'intensité du composant  $\pi$  et sont décalés par rapport à la longueur d'onde d'origine d'une longueur identique vers la longueur d'onde supérieure et inférieure.

#### 3.2.2 Le four à tube graphite Zeeman



1,3 Suspensions por l'AS-GF

- 2 Four à tube graphite Zeeman
- 4 Butée pour l'AS-GF
- 5 Vis d'arrêt
- 6 Vis de retenue du four

Fig. 6 Chambre d'échantillons du four graphite

Le four se compose d'une partie de four fixe et d'une partie mobile. Les deux parties du four sont des corps métalliques refroidis à l'eau, dans lesquels les électrodes graphite annulaires se trouvent. Le tube graphite chauffé transversalement est appuyé de manière pneumatique au niveau de ses surfaces de contact contre les électrodes graphite. Entre les corps métalliques, qui supportent les électrodes, il y a une autre pièce en graphite, la paroi du four. Avec les électrodes au graphite, il constitue un espace fermé autour du tube graphite, stabilisant les conditions du rayonnement thermique du tube graphite et garantissant les conditions chimiques inertes. A la fermeture de la partie mobile du four, le tube est pressé dans les contacts, sans toucher la paroi du four.

Le tube graphite est encapsulé dans une atmosphère de gaz de protection grâce aux deux électrodes graphite et à la paroi du four. La paroi du four possède des formages pour le passage du faisceau, les fenêtres du four et l'amenée du gaz de protection, ainsi que des guidages pour l'orientation autonome du tube graphite lors de la fermeture du four. Le bloc métallique supérieur, situé horizontalement, peut être basculé vers la droite via un vérin pneumatique. Le bloc métallique inférieur fixe se trouve sur un groupe porteur.



Fig. 7 Four à tube graphite, ouvert

- 1 Tuyaux d'eau de refroidissement
- 2 Fenêtre du four
- 3 Electrode supérieure
- 4 Bloc métallique supérieur, en position ouverte
- 5 Four graphite paroi du four
- 6 Alimentation en gaz de protection

Les deux blocs métalliques contiennent les raccords nécessaires pour le courant, le gaz de protection et l'eau de refroidissement.

En raison de la disposition verticale des ailettes, l'alimentation des échantillons dissous s'effectue au milieu par l'ailette supérieure au moyen du passeur automatique AS-GF.

Les échantillons solides sur un support d'échantillons en forme d'auge (plate-forme) peuvent être amenés par l'ouverture du four horizontale gauche avec la fenêtre du four retirée. La paroi du four doit être changée lors du passage entre les formes d'échantillons dissoutes et solides.

#### 3.2.3 L'aimant Zeeman

L'aimant Zeeman se compose de deux noyaux aimantés identiques en forme de U et deux bobines symétriques. Les deux moitiés des montants sont serties mécaniquement en dessous du four à tube graphite et sont comprimées l'une sur l'autre. Sur les extrémités supérieures, les deux moitiés des montants sont réduites juste derrière les bobines sur environ la valeur de la superficie de la section de l'espace intérieure du tube graphite Les surfaces de contact polies forment les pôles d'aimant (pièce polaire). Au niveau de la pièce polaire, le four à tube graphite est réduit de sorte que la pièce polaire ne présente un écartement des pôles de 15 mm uniquement, ce qui entraîne des intensités de champ magnétique de 1,0 Tesla. Le champ magnétique nécessaire se forme de manière homogène entre les pièces polaires. Les deux pièces polaires sont décalées de manière asymétrique vers la droite (par rapport à leur axe central) et laissent ainsi libre l'espace nécessaire pour le distributeur d'échantillons solides.

#### 3.2.4 Courants de gaz

Le four à tube graphite Zeeman comprend les canaux de gaz pour l'alimentation séparée du courant de gaz intérieur (gaz de balayage) et du courant de gaz extérieur (gaz de protection).

Le courant de gaz intérieur (gaz de balayage) est amené dans l'espace du four directement contre le côté intérieur de la fenêtre de four (amovible) via les deux côtés à travers les canaux dans la partie fixe du four. Le courant de gaz intérieur divisé en deux parvient depuis les fenêtres du four dans l'intérieur du tube et est amené à l'extérieur via l'ouverture de pipetage et l'insert de pipette.

Le courant de gaz intérieur a pour fonction d'éliminer tous les gaz apparaissant dans le tube graphite pendant l'opération de séchage et de pyrolyse, d'empêcher la condensation de l'analyte sur les fenêtres du four et d'influencer la durée de séjour des atomes de l'analyte dans le trajet optique. Pendant l'atomisation, le courant de gaz intérieur est entre autre interrompu pour atteindre une durée de séjour maximum des atomes dans le trajet optique du tube graphite et augmenter la sensibilité de la mesure.

En cas de besoin, le courant de gaz intérieur peut recevoir des gaz oxydants et réducteurs (air ou H<sub>2</sub>). Ils ont un effet positif sur la pyrolyse. Dans le cas de l'air, il est recommandé d'éviter les températures > 650 °C pour éviter les détériorations du tube graphite.

Le courant de gaz extérieur sort par un canal dans la partie fixe du four, l'ouverture pour le détecteur de rayonnement et l'électrode inférieure dans l'espace du four. Il circule autour du détecteur de rayonnement et le tube graphite et parvient à l'extérieur à travers l'insert de pipetage. Le courant de gaz extérieur fait en sorte que le tube graphite est entouré de gaz inerte, même à l'arrêt du courant de gaz interne, ce qui empêche une oxydation du système par l'oxygène atmosphérique.



Fig. 8 Courants de gaz intérieur et extérieur dans le four à tube graphite

1 Courant de gaz intérieur (gaz de balayage) 2 Courant de gaz extérieur (gaz de garde)

### 3.2.5 Variantes de tube graphite, pièces du four et utilisations

Trois variantes de tube graphite sont disponibles :

- Tube graphite standard
- Tube graphite pour l'analyse des solides
- Tube graphite avec plate-forme à BROCHE



Fig. 9 Variantes de tube graphite

- 1 Tube graphite pour l'analyse des solides
- 2 Tube graphite, standard
- 3 Tube graphite avec plateforme à BROCHE

Type de tube graphite	Atomisation	Quantité d'échantillons	Domaine d'application
Tube graphite standard	Paroi	Max. 50 µL	Echantillons aqueux (échantillons peu difficiles du point de vue analytique) Ou également pour des échantillons solides
Tube graphite avec plate- forme à BROCHE	Plate-forme	Max. 40 μL	Echantillons aqueux
Tube graphite standard pour l'analyse des solides (sans ouverture de do- sage)	Plate-forme	Max. 3 mg	Solides (technique solide)

 Tableau 1
 Domaines d'application des différents types de tube graphite

Tous les types de tube sont percés dans les ailettes. L'orifice dans l'ailette inférieure sert de canal d'observation pour le détecteur de rayonnement. L'orifice dans l'ailette supérieure se situe dans le prolongement de l'ouverture de pipetage comme accès pour le pipetage en matière de méthodes d'analyse de solutions.



Fig. 10 Paroi du four, adaptateurs et utilisations

Tableau	Pièces du four et utilisation	ons
N°	Partie du four / Utilisation	Fonction
1	Insert de pipetage (insert Z)	Ouverture de trémie vers le canal de pipetage Protège les pièces métalliques à nu. Garantit un pipetage exempt de contamination :
2	Adaptateur Solid (bouchon Z)	Ferme l'ouverture de pipetage. Protège les pièces métalliques à nu.
3	Electrode supérieure	Contacte l'ailette du tube par le dessus.
4	Electrode inférieure	Contacte l'ailette du tube par le dessous.
5	Paroi du four avec alésage horizontal continu	Reçoit le tube graphite.
6	Outil d'ajustage	Ajustage des distributeurs d'échantillons AS-GF (liquide) et SSA 600 (solide)
7	Plate-forme (support d'échantillons)	Reçoit l'échantillon solide.

#### 3.2.6 Détecteur de rayonnement

Le capteur de rayonnement sert au recalibrage de la température du tube. Il est fixé dans la fixation du four et reçoit le rayonnement de la partie cylindrique du tube graphite à travers l'alésage dans l'ailette inférieure et par un alésage concentrique dans l'électrode inférieure.

La détection sur deux longueurs d'onde délivre un signal dont le quotient est indépendant du degré d'émission du tube graphite pour la mesure de la température. Le recalibrage est réalisé lors du formatage du tube graphite.

#### 3.2.7 Caméra du four

En option, le ZEEnit 700 P peut être équipé d'une caméra du four. Elle surveille le processus, de l'injection de l'échantillon dans le tube graphite à la fin du séchage. Ceci permet de contrôler directement la plongée du tuyau de dosage dans le tube graphite, la transmission de l'échantillon et d'autres composantes, ainsi que le processus de séchage et de faire les corrections nécessaires.

La caméra regarde via un miroir de déviation depuis le côté gauche dans le tube graphite, dont l'intérieur est éclairé par la droite par une DEL. La caméra et le miroir de déviation se trouvent sur un chariot à entraînement pneumatique et sont déplacés pour observer la trajectoire des rayons. L'éclairage est basculé vers l'intérieur.

### 3.3 Accessoires de la technique à tube graphite

#### 3.3.1 Passeur d´échantillon AS-GF

Le passeur d'échantillon AS-GF est utilisée en mode EA pour alimenter les échantillons liquides, et en technique HydrEA pour diriger le gaz réactif dans le tube graphite. En raison de la mauvaise reproductibilité, il n'est pas recommandé d'effectuer le pipetage à la main.

Le passeur d'échantillon AS-GF prélève des volumes définis de différentes solutions et les dépose dans le tube en graphite. Il permet

- l'ajout de jusqu'à cinq modifiants à la solution d'échantillon
- le transfert de la solution d'échantillon dans le tube en vue du traitement thermique préalable
- l'enrichissement des échantillons
- le dépôt de composants dans le tube préchauffé
- le transfert séparé de composants avec rinçage intermédiaire
- l'élaboration automatique de solutions standard par dilution ou échelonnage des volumes
- la dilution prédéfinie ou intelligente des échantillons
- l'exploitation multi-élémentaire entièrement automatique (mode nocturne possible)



- 1 Bras de prélèvement avec dispositif d'arrêt de canule
- 2 Guide de tuyau
- 3 Panier à échantillons avec couvercle
- 4 Doseur (500 μL)
- 5 Flacon de déchets
- 6 Flacon de réserve pour solution de rinçage (év. diluant)

Fig. 11 Passeur d'échantillon

Le panier à échantillons de l'AS-GF peut recevoir 100 échantillons (avec V = 1,5 mL) et 8 récipients centraux pour diluant, échantillons spéciaux, solutions standard, modifiants, etc. (avec V = 5 mL).

L'AS-GF est accroché dans les logements prévus à cet effet dans le compartiment à échantillons et raccordé électriquement au ZEEnit 700 P. Les paramètres de l'AS-GF sont réglés à l'aide du logiciel de commande ASpect LS.

#### 3.3.2 Groupe de refroidissement mobile KM 5

Respecter les consignes dans le mode d'emploi du groupe de refroidissement mobile KM 5.

Le four du tube graphite ZEEnit 700 P est refroidi via une réfrigération par circulation du groupe de refroidissement mobile KM 5. Son principe actif est un échangeur thermique refroidi à l'air avec un ventilateur. C'est pourquoi la puissance frigorifique efficace du groupe de refroidissement mobile refroidi à l'air est donc disponible uniquement lorsque la valeur de consigne programmable est supérieure de 7 °C au minimum à la température ambiante. La valeur de consigne maximale est de 50 °C. Le point d'alarme se situe toujours à 15 °C au-dessus de la valeur de consigne réglée. Lorsque la puissance frigorifique n'est plus obtenue, un contact d'alarme de température excessive coupe le refroidisseur et le spectromètre.

Le KM 5 doit être rempli avec 5 L d'eau adoucie (pas d'eau distillée). La température de l'eau de refroidissement est réglable.

#### 3.3.3 Distributeur d'échantillons solides SSA 600 et SSA6

Les distributeurs d'échantillons solides SSA 600 et SSA 6 sont des éléments essentiels à l'analyse des solides réalisée avec la technique de tube graphite. Ils permettent de réaliser une alimentation reproductible du distributeur d'échantillons IC avec l'échantillon solide dans le tube graphite.

Le distributeur d'échantillons solides SSA 600 permet de transporter automatiquement les échantillons solides dans le four à tube graphite. Ces derniers sont pesés automatiquement par une microbalance intégrée au système. Le distributeur d'échantillons solides SSA 600 dispose de 84 positions réparties sur 2 paniers d'échantillons.

Le SSA 6 est conçu pour le mode d'exploitation manuel et demande le recours à une balance externe. La masse d'échantillons doit être transmise manuellement dans le tableau d'échantillons.

Pour de plus amples informations sur les distributeurs d'échantillons solides, veuillez consulter le manuel "Distributeur d'échantillons solides SSA 600" ou "Distributeur d'échantillons solides SSA 6".



SSA 600 avec dosage liquide

SSA 6

Fig. 12 Distributeur d'échantillons solides sur le ZEEnit 700 P

### 3.4 Système à flamme

La spectroscopie d'absorption atomique et d'émission de flamme est utilisée pour déterminer les éléments dans le domaine des traces, dans une plage de concentration allant du mg/L au µg/L et des composants principaux. Elle nécessite une flamme caractérisée par des propriétés constantes et une composition adaptée à l'élément à déterminer. Le système nébuliseur-chambre de mélange-brûleur est réglable sur 10 mm par un moteur afin de diriger la zone de la flamme au degré d'absorption le plus élevé, dans le sens du faisceau. Pour mesurer les composantes principales des solutions, le brûleur peut être pivoté à 90°C dans la position transversale sur le manchon, afin de raccourcir le trajet d'absorption. La solution de l'échantillon est aspirée par un nébuliseur pneumatique à fente annulaire, puis pulvérisée dans la chambre de mélange. Dans la chambre de mélange, l'aérosol est mélangé avec de l'acétylène et de l'agent d'oxydation, avant de sortir de la fente du brûleur. Suivant le type de brûleur, la flamme a une longueur de 5 ou de 10 cm et une largeur de quelques millimètres. Le rayon traverse la flamme sur toute sa longueur.

#### 3.4.1 Bloc de distribution de gaz

Le bloc de distribution du gaz assure l'alimentation en gaz combustible et d'agent d'oxydation de la flamme à un débit défini et sans variations de la pression. Il permet d'allumer et d'éteindre la flamme en toute sécurité. Le bloc de distribution de gaz a trois entrées de gaz : pour le gaz combustible (acétylène), l'air et le protoxyde de gaz.

Sur la distance de réglage, le débit de gaz combustible est réglé en pas de 5 L entre 40 et 315 NL/h d'acétylène par une vanne proportionnelle. Tout d'abord le débit d'air remplit le réservoir de 500 cm<sup>3</sup> pour être ensuite dirigé sur le nébuliseur par des électrovannes. L'air contenu dans le réservoir se charge d'éteindre la flamme dans le cas normaux et en cas de problème. Le débit d'agent d'oxydation contenu dans le nébuliseur est prescrit par son réglage et la pression préliminaire. Un débit supplémentaire d'agent d'oxydation (air ou protoxyde d'azote) peut être enclenché sur trois niveaux réglés sur une valeur définie.

La flamme est allumée avec le filament incandescent, qui est pivoté entre le panneau arrière du compartiment à échantillon et le milieu du brûleur. Le système peut être commuté entre la flamme d'acétylène-air et la flamme acétylène-protoxyde d'azote en bloquant l'arrivée d'air suivi de l'arrivée du protoxyde d'azote et de l'augmentation du débit de gaz combustible. La flamme d'acétylène-protoxyde d'azote est éteinte en procédant dans l'ordre inverse.

#### 3.4.2 Système brûleur-nébuliseur

Le nébuliseur a pour fonction de générer l'aérosol de la solution à analyser par atomisation dans la flamme. L'agent d'oxydation pénètre dans le raccord latéral du nébuliseur et se propage dans la fente annulaire, formée par la canule, un alliage anticorrosif de platine et de rhodium, et la buse en PEEK. La dépression qui se forme fait jaillir la solution hors de la buse qui sera remplacée par une autre quantité de solution à analyser. La position de la pointe de la canule par rapport à la buse est déterminée par le débit d'aspiration. Elle est réglée manuellement avec une vis de réglage et un contreécrou.

L'aérosol formé à partir de la solution est projeté contre la sphère de rebondissement. Les gouttelettes les plus grosses se condensent au contact de la sphère de rebondissement pour être éjectées par le siphon. Le flux de gaz combustible frappe la sphère de rebondissement suivant un angle droit. L'aérosol généré traverse la chambre de mélange jusqu'à la flamme du brûleur. Lors du passage de la chambre de mélange, il se forme un équilibre. D'autres grosses gouttelettes se condensent sur les parois de la chambre de mélange et sont évacuées par le siphon. L'aérosol est atomisé dans la flamme. L'aérosol doit être composé de fines gouttelettes. Ces gouttelettes doivent s'évaporer rapidement lorsqu'elles entrent dans la flamme pour que l'échantillon puisse être atomisé dans les zones à haute température de la flamme. Si l'échantillon ne s'évapore pas complètement, la justesse du résultat d'analyse sera incertaine, l'absorption du fond sera intensifiée par la diffusion du rayonnement émis par les gouttelettes qui ne sont pas évaporées. La structure du système nébuliseur-chambre de mélange optimise la formation de l'aérosol et rend le système plus facile à entretenir. L'écoulement dans le siphon se trouve à proximité immédiate du nébuliseur. Les grosses gouttes s'écoulement immédiatement et ne parviennent pas dans la chambre de mélange. Le rotor retient les gouttelettes et stabilise le nuage d'aérosol. Le liquide résiduel éventuel peut s'écouler vers le siphon en direction du nébuliseur dans le tube de la chambre de mélange montant de manière continu. Par ailleurs, la sphère de rebondissement est montée de manière fixe et centrée vers le nébuliseur de sorte qu'il n'est pas nécessaire d'effectuer un nouvel ajustage après un nettoyage du système chambre de mélange-nébuliseur.



Fig. 13 Schéma du système brûleur-chambre de mélange-nébuliseur

- 1 Brûleur
- 2 Vis de blocage du brûleur
- 3 Arrivée de gaz combustible
- 4 Arrivée d'agent d'oxydation supplémentaire
- 5 Bague d'arrêt du nébuliseur
- 6 Nébuliseur
- 7 Arrivée de l'échantillon liquide
- 8 Arrivée d'agent d'oxydation
- 9 Vis de fixation du siphon

- 10 Siphon
- 11 Raccord du détecteur sur siphon
- 12 Ecoulement du siphon
- 13 Détecteur sur siphon
- 14 Raccord vissé des pièces de la chambre de mélange
- 15 Bouchon de sécurité
- 16 Tube de la chambre de mélange

## 3.5 Brûleur et type de flamme

Le ZEEnit 700 P peut être utilisé avec les types de flamme suivants et les brûleurs adaptés :

- Flamme acétylène-air avec un brûleur mono-fente de 50 mm (brûleur standard) ou brûleur mono-fente de 100 mm pour les sensibilités supérieures
- Flamme acétylène-protoxyde d'azote avec brûleur mono-fente de 50 mm

Si les analyses portent à la fois sur des éléments facilement et des éléments difficilement atomisables, il est préférable d'utiliser uniquement le brûleur mono-fente de 50 mm (standard) pour éviter d'avoir à effectuer un changement de brûleur pendant les mesures.

Utilisation des divers types de flammes :

- La flamme acétylène-air est utilisable pour la plupart des éléments
- La flamme acétylène-protoxyde d'azote est requise pour les éléments difficilement atomisables comme le bore, l'aluminium et le silicium.



Fig. 14 Types de brûleurs

- 1 Brûleur mono-fente de 50 mm (brûleur standard)
- 2 Brûleur mono-fente de 100 mm

Les brûleurs en titane sont insensibles aux effets des solutions caustiques. Les brûleurs sont facilement interchangeables et peuvent être tournés en continu sur 90° entre 2 butées. L'une des butées est située de manière à pouvoir aligner le brûleur dans l'axe optique. La butée à 90° détermine la position transversale résistante du brûleur pour l'analyse des composants principaux des solutions.

#### 3.5.1 Capteurs

Le système brûleur/nébuliseur est contrôlé par divers capteurs, chargés d'assurer la sécurité du fonctionnement.

- Un commutateur à flotteur dans le siphon signale la hauteur de remplissage correcte de 80 mm de la colonne d'eau.
- Deux coupleurs à réflexion permettent d'enregistrer le code identifiant le type de brûleur utilisé.
- Un capteur sensible aux UV surveille la flamme.

En plus des capteurs indiqués plus haut, la chambre de mélange est dotée d'une soupape de sécurité. Cette soupape s'ouvre dans le cas d'un retour de la flamme dans la chambre de mélange.

Le logiciel de commande traite les signaux envoyés par les capteurs et surveille le débit et la pression des gaz ainsi que l'état de la flamme.

### 3.6 Accessoires de la technique à flamme

#### 3.6.1 Distributeurs d'échantillons AS-F et AS-FD

En technique de flamme et en technique Hg/Hydrure, l'alimentation des échantillons est réalisée de manière manuelle ou automatique. Le mode automatique et l'analyse multi-élémentaire requièrent l'utilisation d'un passeur d'échantillon. Le logiciel de - commande du ZEEnit 700 P règle les paramètres et commande les fonctions.

Le ZEEnit 700 P peut être utilisé avec les passeurs d'échantillon suivants :

- L'AS-F est uniquement un passeur d'échantillon automatique.
- Le passeur d'échantillon AS-FD est doté en outre d'une fonction de dilution.

Les passeurs d'échantillon utilisent des paniers à échantillons de diamètres identiques. Il existe divers types de paniers à échantillons :

	139 positions	Panier à échantillons avec 129 emplacements pour récipients Sarstedt de 15 mL sur les traces extérieures et 10 emplacements pour récipients Sarstedt de 50 mL sur la trace intérieure
54 positions Panier à échantillons avec 54 positions pour récipients Sarstedt de 50 m	54 positions	Panier à échantillons avec 54 positions pour récipients Sarstedt de 50 mL

Les paniers à échantillons devraient être sélectionnés en fonction des exigences posées à l'analyse :

- Quantité d'échantillon disponible
- Type d'évaluation des signaux

Le bras de prélèvement est commandé par le logiciel et accède à toutes les positions du panier. La profondeur d'immersion du bras de prélèvement dans les vials échantillons et les récipients spéciaux est préréglée, mais peut cependant être modifiée via le logiciel de commande.

Les passeurs d'échantillon sont alimentés en tension par le ZEEnit 700 P. Le panier à échantillons et le bras de prélèvement sont entraînés avec des moteurs pas à pas. Le panier à échantillons est tourné. Le bras de prélèvement est pivotable et peut être abaissé de 120 mm.

Sur la partie supérieure du passeur d'échantillon AS-F, à côté du panier à échantillons, se trouve un récipient de rinçage à débordement. Dans le cas du passeur d'échantillon AS-FD, le récipient de rinçage est placé dans un bloc en plastique avec un récipient de mélange. Une pompe à membrane extrait la solution de rinçage du flacon de réserve et l'expulse dans le récipient de rinçage afin d'effectuer un rinçage externe et interne de la canule immergée. Lors du rinçage, la solution de rinçage en excédent s'écoule par le déversoir dans le réservoir à déchets placé sous la table.



Fig. 15 Passeur d'échantillon AS-FD avec module fluidique séparé

- 1 Panier à échantillons avec couvercle
- 2 Bras de prélèvement
- 3 Doseur (5000 µL)

- 4 Flacon de réserve pour diluant
- 5 Module fluidique
- 6 Flacon de réserve pour solution de rinçage

Le passeur d'échantillon AS-FD est doté d'un module fluidique en plus avec un doseur (5000  $\mu$ L). Raccordé électriquement au passeur d'échantillon, le module fluidique est alimenté en tension par le ZEEnit 700 P. La dilution de solutions standard ou d'échantillons dans le récipient de mélange se fait en introduisant d'abord le concentré dans le récipient de mélange. La solution de dilution est ensuite ajoutée à grande vitesse de dosage (volume max. : V = 25 mL). La solution obtenue est mélangée pendant une durée définie. Une seconde pompe à membrane aspire le liquide résiduel qui n'a pas été aspiré par le nébuliseur.

Le passeur d'échantillon AS-FD avec fonction de dilution offre les avantages suivants :

- Élaboration des solutions standard nécessaires à l'étalonnage, par dilution d'une ou plusieurs solutions standard dans le récipient de mélange
- Dilution d'un échantillon en cas de dépassement de concentration, c'est-à-dire lorsqu'une teneur en élément est supérieure à 110 % de la solution standard la plus élevée de l'étalonnage
- Dilution de tous les échantillons dans des rapports librement choisis jusqu'à raison de 1:500.

#### 3.6.2 Compresseur à piston PLANET L-S50-15

En l'absence d'une conduite interne dans le bâtiment, l'air comprimé nécessaire à la flamme acétylène-air doit être mise à disposition par un compresseur.

Analytik Jena propose le compresseur à piston PLANET L-S50-15 comme accessoire disponible en option. L'air comprimé ne contient ni eau, ni poussière, ni huile. Avec une pression de service maximale de 800 kPa et un réservoir d'air de 15 L, le compresseur satisfait aux exigences requises pour l'alimentation en air comprimé de l'appareil. Pour l'installation et la maintenance, respecter les instructions figurant dans le mode d'emploi du compresseur à piston.
#### 3.6.3 Module d'injection SFS 6

Le module d'injection SFS 6 (Segmented Flow Star) est livré en option comme accessoire. Il peut être utilisé en mode manuel ou en association avec un distributeur d'échantillons.

D'une part, il injecte en continu de la solution de rinçage et maintient le brûleur à température constante par la présence de l'aérosol. D'autre part, il permet de mesurer de façon reproductible de faibles quantités d'échantillon par rapport à la solution de rinçage.

Le mode de fonctionnement du module d'injection SFS 6 est basé sur une électrovanne avec deux entrées et une sortie vers le nébuliseur. Le tuyau de prélèvement nécessaire à l'échantillon se trouve à l'entrée sous tension. Il plonge directement dans l'échantillon ou est relié à la canule du distributeur d'échantillons. Le tuyau d'aspiration pour la solution de rinçage est relié à l'entrée non alimentée. Les deux états de commutation sont les suivants :

- Etat de base : Une des conduites utilisées pour la solution d'échantillons est fermée, le parcours de la solution de rinçage est libre
- Etat activé : Une des conduites utilisées pour la solution d'échantillons est libre, le parcours de la solution de rinçage est bloqué

Les paramètres de commande du module d'injection SFS 6 sont renseignés dans le logiciel de commande.



- 1 Connexion du câble de commande
- 2 Tuyau de la solution de rinçage
- 3 Mise en place
- 4 Partie de tuyau courte, allant vers la canule du nébuliseur
- 5 Tuyau de prélèvement de l'échantillon

Fig. 16 Module d'injection SFS 6

#### 3.6.4 Scraper - Module de nettoyage automatique de la tête de brûleur

Le dispositif de nettoyage automatique de la tête de brûleur (Scraper) est recommandé pour les travaux réalisés en continu et automatiquement avec la flamme de protoxyde d'azote. Lors de l'utilisation de la flamme de protoxyde d'azote et plus particulièrement d'une flamme de  $C_2H_2/N_2O$  riche en gaz combustible, qui convient spécialement aux éléments comme par ex. Si, W, Mo et Sn, on assiste pendant des durées prolongées à la formation d'un dépôt de carbone sur la fente du brûleur. Si ces dépôts ne sont pas constamment éliminés, ceci entraîne la destruction de la fente du brûleur. Et donc à des résultats de mesure non reproductibles. Le recours au Scraper permet d'automatiser le processus de nettoyage.

Une fois activé au niveau du logiciel et enregistré comme paramètre de la méthode d'analyse, le Scraper garantit la continuité et la productibilité du déroulement de la mesure, sans dérangements et sans interruptions. Suivant la composition de la flamme et la nécessité, l'utilisateur peut choisir la fréquence du nettoyage. Par ailleurs, l'utilisation d'un Scraper permet également d'automatiser la brûlure de la flamme de protoxyde d'azote. Dès que le dispositif est activé sur l'image de contrôle de la flamme, le système procède toutes les 30 s à un nettoyage, assurant ainsi la brûlure correcte de la flamme de protoxyde d'azote.



- 1 Câble de raccordement pour Scraper
- 2 Vis moletée
- 3 Racloir
- 4 Vis de réglage pour brûleur
- 5 Vis moletée
- 6 Tête de brûleur de 50 mm

Fig. 17 Scraper monté sur tête de brûleur de 50mm

Le dispositif Scraper est fixé avec deux vis moletées sur la tête du brûleur. Il peut être démonté dès qu'il n'est plus nécessaire. Le dispositif Scraper peut être monté sur un brûleur de 50 mm.

## 3.7 Accessoires complémentaires - Systèmes Hg/Hydrure

La palette des systèmes Hg/Hydrure va du simple système Batch pour les utilisateurs munis d'un faible débit d'échantillons aux appareils entièrement automatisés pour le fonctionnement en continu.

HS 50 :	Injecteur hydrure. Simple système Batch avec principe de réaction pneumatique. La cuvette en quartz est réchauffée par la flamme d'acétylène-air.
HS 55 modular :	Système Batch avec unité de cuvette à chauffage électrique avec ou sans module "Hg Plus" pour la détermination de Hg. La solution d'agent ré- ducteur est dosée par une pompe tubulaire à 1 canal.
HS 60 modular:	Système d'analyse Hg/hydrures pour le fonctionnement en injection de flux à unité de cuvette à chauffage électrique avec ou sans module "Hg Plus"

Pour de plus amples informations sur les systèmes Hg/Hydrure, veuillez consulter les manuels des accessoires correspondants.

#### 3.8 Tourelle à lampes et lampes

Le ZEEnit 700 P possède une tourelle à 8 lampes avec une unité de lecture et d'écriture pour une utilisation de lampes codées sur la position active. Les lampes codées sont pourvues de transpondeurs collés. Sont enregistrés : type de lampe, élément(s), numéro de série, courant de lampe recommandé au maximum et courant Boost et heures de fonctionnement. L'utilisation de lampes non codées est possible. La tourelle à lampes est conçue pour les lampes à cathode creuse avec le diamètre standard de l'ampoule de 37,1 mm. La lampe nécessaire est basculée dans la trajectoire du faisceau via une commande PC, est mise sous tension puis est ajustée finement par pas de 0,1 mm.

Un deuxième circuit de chauffage garantit qu'une deuxième lampe HKL puisse être préchauffée.

Les positions 5 à 8 peuvent être équipées avec des lampes à cathode creuse Super. L'alimentation nécessaire pour le courant Boost et le chauffage est intégrée et peut être commutée sur une des positions 5 à 8. Si une lampe HKL Super est utilisée comme lampe active, une deuxième lampe HKL Super ne peut pas être préchauffée en tant que telle mais uniquement comme lampe HKL. C'est pourquoi, il est recommandé pour la routine multi-éléments de faire suivre une méthode d'éléments avec une lampe HKL Super par une méthode avec une lampe HKL normale.

L'utilisation d'une lampe à cathode creuse Super amène pour certains éléments comme As, Se, Te, P, Zn l'avantage d'une intensité de rayonnement supérieure, ce qui entraîne l'amélioration du rapport signal-bruit et de la limite de détection.

Les combinaisons suivantes sont possibles pour équiper la tourelle à 8 lampes :

- 8 lampes à cathode creuse codées ou lampes à cathode creuse multi-éléments
- 1 à 4 lampes à cathode creuse Super codées sur les positions 5 à 8 et les positions restantes avec des lampes à cathode creuse codées ou des lampes à cathode creuse multi-éléments

L'émetteur continu, une lampe à cathode creuse Deuterium (D2HKL), est installé dans une fixation.



Fig. 18 Structure de la tourelle à lampes

1 Appareil de lecture pour les lampes codées 3 Lampe codée

2 Plaque support pour 8 lampes

## 4 Installation et mise en service



## ATTENTION

Intervention interdite sans autorisation !

Cet appareil peut uniquement être monté, installé et réparé par le service clientèle d'Analytik Jena ou par des personnes autorisées par Analytik Jena.



### ATTENTION

Respecter les consignes de sécurité !

Lors de l'installation et de la mise en service de l'appareil, observer les consignes de sécurité figurant à la section « Consignes de sécurité » p. 9. Le respect de ces consignes de sécurité est essentiel pour assurer l'installation correcte et le bon fonctionnement du poste de mesure AAS. Respecter tous les avertissements et indications apposés sur l'appareil ou affichés à l'écran par le logiciel de commande et d'évaluation ASpect LS.

Le ZEEnit 700 P est livré par le transporteur directement au site d'installation définitif. À la livraison par le transporteur, veiller à ce que soit présente une personne responsable de l'installation de l'appareil.

Il est indispensable que toutes les personnes devant utiliser l'appareil soient présentes pour recevoir les consignes du service clientèle d'Analytik Jena.

Avant l'installation, s'assurer que les conditions d'installation sont respectées sur le lieu d'exploitation de l'appareil ( $\rightarrow$  section « Conditions d'installation » p. 40).

## 4.1 Conditions d'installation

L'aide d'une autre personne est requise à certains moments pendant l'installation. Le service après-vente teste l'appareil et établit un compte-rendu des résultats obtenus pour le ZEEnit 700 P.

L'exploitant se doit de mettre à la disposition du service après-vente, tout ce qui ne fait pas directement partie de la fourniture, mais qui est indispensable au fonctionnement du ZEEnit 700 P. Pour permettre le bon fonctionnement du ZEEnit 700 P, certaines conditions doivent avoir été étudiées au préalable sur le site :

- Site d'installation approprié
- Encombrement
- Conditions environnantes
- Alimentation en gaz inerte, gaz combustible et en agent d'oxydation
- Dispositif d'aspiration
- Raccordement au réseau électrique

Dangers possibles lors des travaux effectués avec le ZEEnit 700 P :

- Risque de brûlure par la flamme et les parties brûlantes du brûleur et du four
- Risque lié au courant électrique
- Risque liés au rayonnement UV
- Risque lié à la formation d'ozone ou de protoxyde d'azote
- Risque lié au maniement de bouteilles de gaz sous pression
- Risque lié aux substances toxiques et caustiques
- Risque lié au champ magnétique fort

#### 4.1.1 Conditions environnantes

- Ne pas déposer le ZEEnit 700 P directement près d'une porte ou d'une fenêtre. L'emplacement du ZEEnit 700 P doit être sans courant d'air, sans poussière, sans vapeurs corrosives et sans vibrations.
- Ne pas placer le ZEEnit 700 P à proximité de sources de perturbations électromagnétiques.
- Eviter d'exposer le ZEEnit 700 P au rayonnement direct du soleil ou à la chaleur dégagée par des radiateurs proches. Dans les cas extrêmes, installer un système de climatisation du local.
- Une salle séparée est recommandée pour la préparation des échantillons et le stockage des matériaux chimiques humides.
- Il est interdit de fumer dans le local où est installé le ZEEnit 700 P.

Température de service	+10 °C à +35 °C						
Humidité ambiante en service	max. 90 % à +30 ℃						
Température de stockage et de transport	-40 °C à +70 °C, Utiliser du desséchant						
Hauteur d'utilisation maximale recommandée	2000 m						

#### 4.1.2 Alimentation en énergie



#### **AVERTISSEMENT**

Respecter le raccordement au réseau !

Lors de l'installation électrique, respecter les prescriptions VDE et la réglementation locale en vigueur ! Le raccordement au réseau doit être mis à la terre dans les règles de l'art. Ne pas utiliser d'adaptateur pour le raccordement au réseau.

Le ZEEnit 700 P est raccordé au courant alternatif monophasé. A une vitesse de chauffe maximum, le courant peut passer brièvement (1s) à 85 A. Pendant cette phase, la tension d'alimentation du ZEEnit 700 P ne devrait pas passer au-dessous de 6 %. Dans le cas où les valeurs varieraient par rapport à ces prescriptions, veuillez nous contacter. Nous vous fournirons des accessoires adaptés.

Le bon fonctionnement de l'appareil dépend en grande partie de la qualité du raccordement au réseau qui sera effectué avec des sections de câbles suffisantes. Le raccordement au réseau doit être protégé sur place par un coupe-circuit à fusible temporisé et doit être installé avant la livraison du ZEEnit 700 P à proximité de l'emplacement futur de l'appareil. L'appareil est fourni avec un câble de 3 m de long. La prise apparente CEE (2 pôles + E Bleu 5UR 3 206-2 220/32, société Siemens) est mise à disposition conformément au contrat de livraison.

La fiche secteur sert de dispositif de séparation. C'est pourquoi un accès libre à la fiche secteur doit être garanti.

Les autres composants du ZEEnit 700 P (par ex. PC, imprimante etc.) sont raccordés à la même phase que l'appareil de base, via le bloc 5 prises joint à livraison, qui est raccordé à la prise située à l'arrière du ZEEnit 700 P. Utiliser votre propre configuration PC-imprimante et si elle est raccordée au bloc 5 prises, tenir compte de la valeur limite du courant de travail admissible (5 mA au total avec des appareils supplémentaires). Pour éviter les fluctuations subites de tension, ne pas raccorder le ZEEnit 700 P sur une ligne alimentant d'autres gros consommateurs de puissance.

Conditions de connexion	Tension	230 V ~							
	Fréquence	50/60Hz							
	Puissance absorbée moyenne type	2100 VA							
	Consommation maximum de courant	85 A pendant 1 s ou 52 A pendant 8 s							
	Fusible (côté réseau)	35 A, coupe-circuit à fusible temporisé, monophasé. Ne pas utiliser de disjoncteur !							
	Puissance absorbée du système hydrure	650 VA pendant le chauffage de la cuvette 400 VA en mode continu							

#### 4.1.3 Alimentation en gaz



#### AVERTISSEMENT

Risque d'explosion par sortie d'acétylène ! Risque de formation d'une atmosphère à faible concentration d'oxygène en cas de sortie de gaz !

L'exploitant doit garantir que le type de raccordement utilisé à la sortie des régulateurs de pression de gaz satisfait aux exigences nationales en vigueur.

L'exploitant doit effectuer toutes les semaines des inspections de sécurité visant à contrôler l'étanchéité de toutes les alimentations en gaz jusqu'à l'appareil. Il convient ce faisant de constater une chute possible de pression des systèmes et conduites fermés et sous pression. Localiser les fuites et les éliminer immédiatement.

Si l'alimentation en gaz est réalisée via des bouteilles sous pression, les bouteilles doivent être placées à la verticale en dehors du laboratoire, et fixées avec des supports muraux.

Gaz dans la technique à<br/>tube graphiqueLe gaz inerte sert à protéger les parties en graphite de l'atomiseur, qui sont soumises à<br/>des températures extrêmes. Parallèlement, le gaz inerte est utilisé comme mode de<br/>transport pour les particules de pyrolyse libérées pendant l'analyse. Le degré de pureté

transport pour les particules de pyrolyse libérées pendant l'analyse. Le degré de pureté du gaz interne est particulièrement important pour l'analyse et la durée d'utilisation des tubes graphite.

En injectant un gaz additif pendant la pyrolyse (par ex. de l'air), il est possible d'accélérer l'incinération de l'échantillon, c'est-à-dire la séparation des composantes de la matrice. Le gaz additif est injecté à l'arrière de l'appareil, via le raccord "Gas Additional". La pression du gaz vers le spectromètre doit être de 600 à 700 kPa.

Les tuyaux ont une longueur standard de 5 m. Si vous désirez des tuyaux d'une autre longueur, veuillez contacter le service après-vente de Analytik Jena.

Fableau 3	Gaz dans la technique à tube graphique
-----------	--

ommandé	Pression d'entrée	Consommation			
ion pour l'utilisation ite : argon 4,8 ou plus admissibles :	600 à 700 kPa	max. 2 L/min (suivant le pro- gramme température-temps)			
≤ 3 ppm					
$\leq$ 10 ppm					
≤ 0,5 ppm					
≤ 5 ppm					
	for mount l'utilisation ite : argon 4,8 ou plus admissibles : $\leq$ 3 ppm $\leq$ 10 ppm $\leq$ 0,5 ppm $\leq$ 5 ppm	pmmandéPression d'entréeion pour l'utilisation ite : argon 4,8 ou plus admissibles : $\leq 3$ ppm $\leq 10$ ppm $\leq 0,5$ ppm $\leq 5$ ppm $600 à 700 kPa$			

Gaz dans la technique à flamme

Pour la technique à flamme, il faut recourir à des agents d'oxydation (air comprimé et éventuellement  $N_2O$ ) et à des acétylènes pour le gaz combustible. Dans le domaine analytique, le degré de pureté des gaz est de grande importance. Pour l'alimentation en air comprimé, un compresseur à piston est à disposition. Si l'alimentation en air comprimé est réalisée par un raccord d'air comprimé interne, veuillez contacter le service après-vente d'Analytik Jena. L'alimentation en  $N_2O$  est réalisée par bouteilles sous pression ou par la conduite interne du laboratoire.

Les tuyaux sous pression sont fournis à la livraison. Les mano-détendeurs sont livrés en option.

Longueur de tuyau au raccord de bouteille	5 m
Longueur du tuyau de compresseur	5 m

Sur demande, il est possible de raccorder d'autres longueurs de tuyaux. Dans ce cas, veuillez contacter le service après-vente d'Analytik Jena.

Tableau 4 Gaz dans la technique à flamme

Gaz combustible et agent d'oxydation	Pression d'entrée	Consommation			
Air comprimé, exempt d'huile, de graisse et de particules	400 à 600 kPa	max. 775 NL/h			
$N_2O$ , exempt d'huile, de graisse, pureté 2,5	400 à 600 kPa	max. 620 NL/h			
Acétylène Pureté $\geq$ 2,5 (pour photométrie de flamme ou l'analytique) : supérieure à 99,5 Vol% basée sur C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> , sans acétone et sans particules se- condaires : Liaisons hydrogénées de As, A et P	80 à 160 kPa	max. 315 NL/h			

#### 4.1.4 Dispositif d'aspiration



#### ATTENTION

Risque d'intoxication en cas de libération de gaz ! Avant de mettre le ZEEnit 700 P en marche, activer le dispositif d'aspiration. Évacuer l'air usagé du laboratoire et empêcher les refoulements ! Une aspiration correcte est obtenue uniquement avec deux hottes d'aspiration, qui sont directement installées au-dessus des compartiments à échantillons, ou avec une hotte d'aspiration pivotante.

Le dispositif d'aspiration doit pouvoir évacuer les résidus de combustion nocifs de la flamme ainsi que les formations d'ozone. L'ozone apparaît en raison de l'interaction entre l'air et le rayonnement UV des lampes à cathode creuse, du four à tube graphite avec des températures supérieures à 2000 °C et la flamme du brûleur. Utiliser un dispositif d'aspiration à base d'un matériau anticorrosif et résistant aux températures élevées. Les 6 premiers mètres du dispositif d'aspiration devraient être en métal.

Tableau 5Exigences posées au dispositif d'aspiration

ParamètreMatérielPuissance d'aspiration pour flamme de protoxyde d'azotePuissance d'aspiration pour flamme d'airPuissance d'aspiration pour tube graphitePuissance d'aspiration pour tube graphitepour les échantillons avec une concentra- tion d'acide > 5 %								
Paramètre	Caractéristiques							
Matériel	V2A							
Puissance d'aspiration pour flamme de protoxyde d'azote	env. 8 à 10 m <sup>3</sup> /min							
Puissance d'aspiration pour flamme d'air	env. 5 m³/min							
Puissance d'aspiration pour tube graphite	env. 1 m <sup>3</sup> /min							
Puissance d'aspiration pour tube graphite pour les échantillons avec une concentra- tion d'acide > 5 %	env. 5 m³/min							
Ouverture de la hotte	env. 300 × 300 mm							
Ecart par rapport à l'arête supérieure de l'appareil	env. 200 à 300 mm							
Diamètre du tube	env. 100 à 120 mm							

#### 4.1.5 Refroidissement par eau

Le four du tube graphite ZEEnit 700 P est refroidi via un circuit de refroidissement du groupe de refroidissement mobile KM 5. Respecter les consignes dans le mode d'emploi du groupe de refroidissement mobile KM 5.

Le KM 5 doit être rempli avec 5 L d'eau adoucie (pas d'eau distillée). La température de l'eau de refroidissement est réglable.

······	F
Paramètre	Caractéristiques
Longueur des tuyaux d'eau	2,0 m
Longueur du câble électrique	2,7 m
Longueur de la ligne de commande	2,0 m
Arrivée d'eau	300 kPa; 3 L/min

 Tableau 6
 Branchements sur le groupe de refroidissement KM 5

Pour fonctionner sur un secteur 60 Hz, une exécution spéciale du groupe de refroidissement mobile KM 5 est nécessaire.

#### 4.1.6 Encombrement et poids

Le ZEEnit 700 P est un appareil compact qui a été conçu comme appareil de table. L'encombrement nécessaire est stipulé par les composants du poste de mesure. Outre l'appareil de base, le PC est placé avec le moniteur, l'imprimante et le clavier. Le PC et l'imprimante sont également mis en place sur un chariot pour PC en vente dans le commerce.

Les distributeurs d'échantillons de la technique à flamme AS-F ou AS-FD sont suspendus dans le compartiment à échantillon de droite du ZEEnit 700 P. Le module fluidique de l'AS-FD et le flacon de réserve pour solution de rinçage de l'AS-F sont placés à côté de l'appareil AAS.

Les accessoires de la technique au tube graphite – passeur d´échantillons AS-GF pour les échantillons dissolus ou SSA 6 ou SSA 600 pour les échantillons solides - sont suspendus dans le compartiment à échantillon de gauche.

Les accessoires pour la technique Hg/Hydrure sont positionnés soit sur une grande tablette soit sur une table supplémentaire à gauche devant le ZEEnit 700 P (HS 60 modular, HS 55 modular) ou sont suspendus dans le compartiment à échantillons (HS 50).

Directement à côté de l'appareil, on a sur le sol :

- le récipient collecteur pour le liquide des échantillons non nébulisé, le liquide de nettoyage des échantillonneurs automatiques et le liquide restant du système HG/Hydrure.
- le compresseur
- le groupe de refroidissement mobile KM 5. Le groupe de refroidissement mobile KM 5 doit être installé avec 15 cm d'espace des deux côtés afin de garantir une circulation de l'air optimale pour l'amenée et l'écoulement de l'air de refroidissement.

	•	-		
Composants	Largeur [mm]	Hauteur [mm]	Profondeur [mm]	Poids [kg]
Sur la table de travail				
ZEEnit 700 P	1180	650	735	225
AS-GF	250	550	380	7,2
AS-F	340	350	460	6,5
AS-FD				
Passeur d'échantillon	340	350	460	6,5
Module fluidique	360	310	165	3,5
HS 60 modular	360	370	270	14
HS 55 modular	360	370	270	14
HS 50	270	210	190	2
SSA 6	260	90	260	1
SSA 600	300	370	500	10
Sous la table de travail				
Compresseur	Ø 400	490		27
Groupe de refroidis- sement mobile KM 5	300	600	500	32

 Tableau 7
 Dimensions et poids des composants du ZEEnit 700 P



Fig. 19 Dimensions ZEEnit 700 P sur le devant



Fig. 20 Dimensions ZEEnit 700 P - Vue de dessus



Fig. 21 Schéma d'installation ZEEnit 700 P

## 4.2 Raccordements et connexions

Les conduites d'alimentation sont raccordées par le service après-vente d'Analytik Jena lors de l'installation du ZEEnit 700 P.

L'interrupteur de l'alimentation réseau se trouve sur le côté droit du ZEEnit 700 P qui comporte également les connexions au PC et des accessoires bien accessibles. Les raccords du gaz et les alimentations en courant et en eau, avec les fusibles se trouvent au dos de l'appareil.

Pour le transport et la mise en place de l'appareil, une paire de tiges sont vissées à droite et à gauche. Après la mise en place, les tiges sont dévissées et les orifices sont bouchés à l'aide des bouchons fournis à la livraison.

1 Interrupteur secteur 2; 5 Ouverture pour les tiges 3; 4 Serrage pour la fixation du capot Raccords pour le PC et les acces-

Raccords des fluides au dos de

6

7

soires

l'appareil



Fig. 22 Raccordements d'alimentation et de commande



- 1 Raccordement du distributeur d'échantillons AS-FD, AS-F
- 2 Raccordement du système hydrure (HS)
- 3 (+5V)
- 4 (GND)
- 5 Raccord ZEEnit 700 P - PC (DEVICE PC)
- 6 Raccord caméra du four - PC (CAMERA PC)
- 7 (TRIGGER)
- Raccord dispositif de refroidissement mobile (KM5) 8
- 9 Raccord balance pour solides (SOLID)
- 10 Raccord AS-GF et SSA 600

Fig. 23 Bloc de jonction pour les raccordements d'alimentation et de commande



Fig. 24 Vue de derrière du ZEEnit 700 P avec raccordements

- 1 Raccord gaz inerte
- 2 Raccord gaz additionnel
- 3 Raccord gaz combustible (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)
- 4 Raccord protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O)
- 5 Raccordement air
- 6 Fusibles F3 F8
- 7 Raccordement secteur des accessoires (bloc de distribution 5 prises)
- 8 Fusibles F1, F2
- 9 Câble de raccord secteur pour le ZEEnit 700 P
- 10 Fusibles F9 F14
- 11 Arrivée eau de refroidissement "Water in"
- 12 Arrivée eau de refroidissement "Water out"

## 4.3 Retrait du dispositif de sécurité du transport



#### NOTE

Retirer les dispositifs de sécurité pour le transport ! Lors de la première installation, les dispositifs de sécurité pour le transport sont retirés par le service clientèle d'Analytik Jena ou par un personnel formé.



1 Dispositif de sécurité du transport

- Fig. 25 Dispositif de sécurité du transport sur le ZEEnit 700 P
- 1. Dévisser les pièces de serrage pour le capot de l'appareil sur la paroi gauche et droite (3 et 4, Fig. 22).

- 2. Retirer le capot de l'appareil.
- 3. Dévisser le dispositif de sécurité du transport marqué en rouge du levier à grille et le retirer du compartiment à spectromètre.
- 4. Poser le capot de l'appareil et fixer les parois gauche et droite avec les pièces de serrage.

## 4.4 Installation du ZEEnit 700 P

- 4 bouchons, plastique
- Clé à fourche 19 mm (contenue dans la livraison)

Etapes du travail

- 1. Dévisser et conserver les quatre poignées.
  - 2. Fermer les orifices à l'aide des bouchons.
  - 3. Installer l'alimentation en gaz :
    - Serrer le raccordement de gaz Acétylène à l'aide de la clé à fourche de 19 mm.
       Filetage à gauche !
    - Fixer le tuyau d'argon sur le raccord vissé du tuyau.
    - Bloquer le tuyau d'air sur le raccord vissé du tuyau.
    - Fixer le tuyau de protoxyde d'azote sur le raccord vissé du tuyau.
  - 4. Contrôler l'étanchéité des raccordements de gaz ( $\rightarrow$  Section "Raccordements et connexions" p. 47).
  - 5. Installer le dispositif de refroidissement mobile KM5 ( $\rightarrow$  Section "Installation du groupe de refroidissement mobile KM 5" p. 50).
  - 6. Effectuer le raccordement électrique du ZEEnit 700 P (→ Section "Alimentation en énergie" p. 41).
  - 7. Relier le PC et le ZEEnit 700 P à l'aide d'un câble USB (5, Fig. 23).
  - 8. Autres étapes :
    - Installer le logiciel ASpect LS
    - Compléter l'AAS en fonction de la technique d'atomisation demandée

### 4.5 Installation du groupe de refroidissement mobile KM 5

Relever dans le mode d'emploi fourni "Dispositif de refroidissement mobile KM5" toutes les consignes d'installation, de mise en service et de maintenance.

- Remplir le groupe de refroidissement mobile KM 5 (→ Section "Groupe de refroidissement mobile KM 5" p. 104).
- 2. Etablir le circuit de refroidissement : brancher le connecteur de tuyau sur le ZEEnit 700 P et le KM 5.

Sur le KM5 (en bas) : "arrivée d'eau" ► sur le ZEEnit 700 P : "IN"

Sur le KM5 (en haut) : "retour d'eau" ► sur le ZEEnit 700 P : "OUT"

3. Raccorder la conduite de commande du KM 5 sur le connecteur marqué sur la paroi droite du ZEEnit 700 P (Fig. 24).

**Note :** la touche Service du KM 5 reste sur "ARRÊT", cela signifie que la lampe de fonctionnement verte n'est pas allumée. Le groupe de refroidissement mobile peut être ainsi commandé par le logiciel de commande du ZEEnit 700 P.

4. Purger le circuit de refroidissement ( $\rightarrow$  Section "Groupe de refroidissement mobile KM 5" p.104).

## 4.6 Installation du programme ASpect LS

L'installation et le lancement du programme ASpect LS nécessaire à la commande du spectromètre sont décrits dans le manuel « ASpect LS ». Veuillez-vous y reporter.

## 4.7 Equipement de la tourelle à 8 lampes et ajustage des lampes



#### **AVERTISSEMENT**

Risque de détériorations de la peau et des yeux sous l'effet du rayonnement UV ! Couper le courant de lampe avec d'ouvrir le compartiment à lampe.

Dans le logiciel ASpect LS, dans la fenêtre SPECTROMETER / CONTROL, régler dans la zone OPTICAL PARAMETERS l'intensité des lampes exprimée en [mA] sur zéro. Dans la liste déroulante BACKGROUND CORRECTION, sélectionner l'option NO BACKGROUND. Cliquer sur [SET]. Répondre par la négative au message d'erreur.



### ATTENTION

Risque de brûlure ! Laisser refroidir les lampes avant de les remplacer.



#### NOTE

Risque de détériorations de la lampe !

Ne pas toucher la fenêtre de la lampe. Démonter et monter les lampes uniquement à l'état hors tension.

L'équipement de la tourelle à 8 lampes peut s'effectuer de la manière suivante :

- De préférence, la tourelle à 8 lampes est équipée de lampes à cathode creuse codées.
- L'utilisation de lampes non codées est aussi possible.
- Les positions 5 à 8 peuvent être équipées avec des lampes à cathode creuse Super.



Fig. 26 Structure de la tourelle à lampes

1 Lampe à cathode creuse

4 Ressort de traction

Plaque de fondations avec culot de lampe

- 2 Position de la tourelle pour monter et démonter 5 les lampes à cathode creuse
- 3 Prismes d'appui pour lampe HKL

#### 4.7.1 Lampe à cathode creuse, démontage

- 1. Ouvrir la porte de l'espace de la lampe.
- 2. Décrocher le ressort de traction.
- 3. Retirer la lampe du culot.

Note : Ne pas toucher à la fenêtre de la lampe !

4. Insérer la nouvelle lampe dans le culot, accrocher le ressort de traction.

#### 4.7.2 Démontage et montage de la lampe à cathode creuse Deuterium

- 1. Éteindre la lampe à cathode creuse Deuterium.
- 2. Retirer la plaque de recouvrement allant vers le support D2HKL du capot de l'appareil.
- 3. Dévisser les trois écrous de fixation (flèche dans Fig. 27) et retirer le support de lampe.
- 4. Dévisser la vis de blocage (6, Fig. 28). Retirer le culot de la lampe.
- 5. Retirer la lampe avec précaution en dessous du ressort tendeur (1, Fig. 28).

6. Insérer la nouvelle lampe avec précaution en dessous du ressort tendeur et pousser jusqu'à la butée (2, Fig. 28).

Note : ne pas toucher à la fenêtre de la lampe !

- 7. Placer le culot sur la lampe. Visser la vis de blocage.
- 8. Ajuster l'axe de la lampe parallèlement à la plaque du support (à vue d'œil) : Avec les longues vis d'ajustage précis, modifier la position de la lampe (4 et 5, Fig. 28).
- 9. Poser le support et visser sans serrer les écrous de fixation. Ils seront serrés à la main uniquement après l'ajustage.



Flèches Ecrous de fixation du support de lampe

- 1 Vis de blocage pour la douille de connexion de la lampe
- 2 Vis d'ajustage

Fig. 27 Support D2HKL monté dans l'espace de la lampe



Fig. 28 D2HKL avec support, démonté de l'espace de la lampe et déposé

6

1 Ressort tendeur

Butée

- 4; 5 Vis d'ajustage précis
  - Vis de blocage pour la douille de connexion de la lampe

3 Appui

2

5 1

### 4.7.3 Configuration de la tourelle dans ASpect LS

Lampes codées

Des lampes codées sont disponibles. Ainsi, les données importantes enregistrées sur le transpondeur pour la méthode d'analyse telles que le type de lampe, les éléments, l'intensité maximale et recommandée de la lampe, ainsi que l'intensité relevée maximale et recommandée sont lues lors de l'initialisation dans la position active et inscrites dans le tableau en fonction de la position de la tourelle.

Lampes non codées



#### NOTE

Tenir compte de la position des lampes ! En cas d'utilisation de lampes à cathode creuse non codées, équiper la tourelle à lampes de manière à ce que les données de position dans le logiciel correspondent avec l'équipement réel de la tourelle.

- 1. Avec le symbole 🖄 , on appelle à l'écran la fenêtre SPECTROMETER et on bascule sur l'onglet CONTROL.
- 2. Avec le bouton [LAMP TURRET], on ouvre la fenêtre du même nom.
- 3. Sélectionner dans le tableau la position de la tourelle qui est pourvue d'une lampe ou dont l'équipement doit être modifié.
- 4. Avec [CHANGE], on ouvre la fenêtre SELECT LAMP/ELEMENT.

Sele	ct lar	np/e	leme	nt																		-		×	
Lam	ip po	ositic	on:		1			amp MHC	type CL	,	~	Ma	ax. la	amp	curre	nt (n	nA]:		10.0		Vlax. Boost [	mA]:	0.0	Å	
Eler	men	ts																		Elem	L.	Nam	e		l
	Li	Be											В	С	Ν	0	F	Ne		Cr Mn	Chromium	i (Cr) se (Mn)			
	Na	Mg											AI	Si	Ρ	S	CI	Ar		Fe	Iron (Fe)	- \			
	Κ	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr		Ni	Nickel (Ni	)			
	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te		Xe		Cu	Copper (C	)			
	Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	lr.	Pt	Au	Hg	TI	Pb	Bi	Po	At	Rn							l
	Fr	Ra	Ac	_		_	_	_						(	_	_									
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu									
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr									
	I																	^							
																		V							
																					ОК		Cance	el	

- Fig. 29 Sélection de la fenêtre lampe/élément
- 5. Saisir les données suivantes :

LAMP POSITION	Indique la position dans la tourelle. Ne peut pas être édité dans cette fenêtre. Sélection du type de lampe. Cette sélection dépend de la position de la lampe et des types de lampes disponibles. Les lampes S-HKL et S- MHKL ne sont disponibles que sur les positions 5 à 8.		
Lамр түре			
	NONE	Cette position n'est dotée d'aucune lampe.	
	HKL	Lampe à cathode creuse mono-élémentaire	
	M-HKL	Lampe à cathode creuse multi-élémentaire	
	S-HKL	Super-lampe à cathode creuse mono-élémentaire	
	S-MHKL	Super-lampe à cathode creuse multi-élémentaire	

CURRENT	Régler l'intensité maximale de la lampe.		
BOOST Uniquement pour les lampes S-HKL et S-MHKL Régler l'intensité relevée maximale de la lampe.			
TABLE PERIODIQUE	Sélectionner l'élément de la lampe en cliquant sur le symbole de l'élément dans la table périodique :		
	<ul> <li>Des boutons bleus caractérisent les éléments sélectionnables. Des boutons gris (inactifs) caractérisent les éléments qui ne peuvent pas être analysés. Des boutons d'élément verts identifient les élé- ments sélectionnés.</li> </ul>		
	<ul> <li>Dans le cas des lampes M-HKL et S-MHKL, plusieurs éléments peuvent être sélectionnés. Un nouveau clic sur un symbole annule la sélection. Les éléments sélectionnés s'affichent dans le tableau ci-contre</li> </ul>		

- 6. En cliquant sur [OK], on quitte la fenêtre SELECT LAMP/ELEMENT et on revient dans la fenêtre LAMP TURRET.
  - ✓ Les spécifications de la lampe s'affichent dans le tableau de la fenêtre LAMP TURRET.

#### 4.7.4 Ajustage des lampes

L'ajustage des lampes est effectué une seule fois. L'écran d'énergie est activé et le positionnement des lampes dans la trajectoire optique du faisceau est optimisé.

Maximisation de la durée de vie de la lampe

La durée de vie de la lampe dépend fortement du courant de lampe réglé. Le courant de fonctionnement recommandé varie de type de lampe en type de lampe. Pour le réglage suivant, respecter les consignes données dans le livre de recette du logiciel ASpect LS, les modes d'emploi propres à Analytik Jena correspondants aux différentes lampes et aux informations données avec la lampe.

- 1. Avec le symbole <sup>左</sup>, on appelle à l'écran la fenêtre SPECTROMETER et on bascule sur l'onglet CONTROL.
- 2. Avec le bouton [LAMP TURRET], on ouvre la fenêtre du même nom.

ູ່ມູ	🖞 Lamp turret – 🗆 🗙									
M	ounting	Lamp his	tory	Code lamps						
ſ										
	Pos	Type	cod	Elements		Max. curr.	Max. Boost	Recmd. curr.	Recmd. boo	os Aliç
		.,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	oou.	Liomono		[mA]	[mA]	[mA]	[mA]	adj.
	1	MHCL	-	Cr;Mn;Fe;Co;Ni;Cu		10.0		-		*
	2	MHCL	-	Cd;Pb		10.0		-		*
	3	HCL	-	Dy		10.0		-		*
	4	MHCL	-	Na;K;Cr;Hg		10.0		-		*
		HCL		Au		10.0				-
	6	MHCL	-	Ca;Tl;Pb;Bi		10.0	-	-		- *
	7	MHCL	-	Rh		10.0	-	-		- *
	8	HCL	-			10.0	-	-		-
	<								·	>
		•	1							
	C	hange		Register lamp		Unregiste	erlamp		Initialize	
	Energy									
	change lamp 0									
	anango tamp									
									Cle	ose

Fig. 30 Fenêtre Lamp turret

- 3. Sélectionner dans le tableau la lampe à régler.
- 4. Actionner le bouton [ALIGN].

La lampe se règle automatiquement sur un arc de cercle. Pendant le réglage, l'énergie s'affiche sous la forme d'une barre **bleue** dans la zone de réglage des lampes.

- 1. Avec le symbole <sup>1</sup>, on appelle à l'écran la fenêtre SPECTROMETER et on bascule sur l'onglet CONTROL.
- 2. Dans la liste de choix BACKGROUND CORRECTION, on sélectionne l'option D2 BACKGROUND ONLY.
- 3. Lancer les paramètres du spectromètre avec [SET].
- 4. Basculer sur l'onglet ENERGY.

▲ Spectrometer	- 0	×
Control Energy Energy scan Spectrum		
Energy levels  D2HCL: 59.0  100  80  60  40  20  0  0  59.0 59.0	Parameters AGC Peak pick Transfer to method PMT [V]: D2HCL current [mA]: 0.0	
Start Delete	Lamp alignment       Align     0       Energy     Close	

Fig. 31 Fenêtre Spectrometer - Energy

- 5. Avec le bouton [AGC], comparer la tension du phtomultiplicateur PMT et l'intensité D2HKL avec l'objectif de définir le niveau d'énergie entre 65 et 75 %.
- 6. Avec le bouton [START], lancer la mesure de l'énergie
- Régler le niveau d'énergie (barre rouge) sur une valeur maximale : Remarque : Les barres sur fond gris caractérisent le niveau maximum atteint pour la dernière fois et peuvent être supprimées avec le bouton [Supprimer].
- Par réglage de la distance focale : Déplacer légèrement le support de lampe à la main dans le sens de l'axe, puis serrer à fond les vis de blocage.
- Par réglage de l'axe : déplacer les vis de réglage fin (2, Fig. 27 p. 53).
- 8. Poursuivre en fonction de l'affichage éventuel d'erreurs ou de l'intensité D2:
- Si une erreur indiquant un manque d'énergie pour la D<sub>2</sub>-HKL s'affiche, contrôler d'abord l'intensité de la D2. Si celle-ci n'est pas égale à 35 mA après le réglage, saisir la valeur 35 mA et recommencer le réglage avec le bouton [AGC].
- Si l'intensité D2 est déjà égale à 35 mA, augmenter le renforcement BC d'un niveau (niveaux de 0 à 4) et recommencer le réglage avec le bouton [AGC].

Opérations avec une lampe à cathode creuse au deutérium  Si une erreur indiquant un surplus d'énergie pour la D<sub>2</sub>-HKL s'affiche (trop peu d'énergie pour la HKL), augmenter le renforcement HC d'un niveau (niveaux de 0 à 4) et recommencer le réglage avec le bouton [AGC].

## 4.8 Technique du tube graphite

#### 4.8.1 Raccordements du compartiment d'échantillons



- 1 Mise en place de l'AS-GF sur la paroi de gauche du compartiment d'échantillons
- 2 Four à tube graphite avec raccordements
- 3 Mise en place de l´AS-GF sur la paroi de droite du compartiment d'échantillons
- 4 Butée réglable en profondeur pour l'AS-GF
- 5 Vis de fixation pour le four à tube graphite Zeeman télescopique
- 6 Vis de fixation pour le chariot du four

Fig. 32 Eléments du compartiment d'échantillons

Le four au tube graphite est réglé par le fabricant. Les raccordements du gaz et de l'eau de refroidissement sont installés sur des points fixes du four à tube graphite.

Sous le four, derrière le recouvrement, se trouve le ventilateur pour le transformateur de courant fort.

#### 4.8.2 Paramètres logiciels définis par le fabricant pour la technique à tube graphite

Dans la fenêtre QUICKSTART du logiciel ASpect LS, vous réglez les options pour la technique du four à graphite (voir mode d'emploi/aide ASpect LS). L'interface du logiciel avec les paramètres de la méthode et de l'appareil est adaptée en conséquence.

### 4.8.3 Mise en place du tube graphite dans le four

Il est nécessaire de remplacer le tube graphite en cas de changement de méthode d'atomisation et lorsque le tube graphite a été utilisé pour un certain nombre d'atomisations.



#### NOTE

Les tubes graphites sont une fabrication spéciale et doivent uniquement être commandés auprès d'Analytik Jena. Ne pas utiliser d'autres tubes graphites. Sinon le ZEEnit 700 P risque d'être endommagé.

Ne jamais toucher le tube graphite à mains nues ! Les traces de doigts se matérialisent dans le système et détruisent prématurément la couche de pyrolyse du tube.

Mise en place du tube graphite dans le four

- 1. Ouverture du four à tube graphite :

  - Actionner le bouton [OPEN FURNACE].

	– 🗆 X
Furnace program Modif.Extras Optimization Plot Con	trol
Graphite furnace Type: Platform Heat cycles: 12 Life time: 0 Reset Formation	Furnace       Open furnace       Cooling water temp. ["C]:       30       Furnace LED
Clean furnace           Temp. [°C]:         2450           Ramp [°C/s]:         500           Hold [s]:         5         Start	Temperature for LED switch-off: 300 🔅 Test © Water flow © Water cooler © Inert gas © Transformer temperatur © Add. gas
Water cooler         O permanent	Test
Line:	OK Cancel

Fig. 33 Fenêtre Furnace - Control

- 2. En cas de besoin, nettoyer l'enveloppe du four et les électrodes ( $\rightarrow$  Section « Maintenance du four à tube graphite », page 79).
- 3. Déposer le tube graphite avec une pincette ou à la main, qui sera protégée par de la cellulose, dans le four en graphite de manière à ce qu'il soit placé sans forcer sur les supports du revêtement du four et à ce que l'ouverture de pipettage soit orientée vers le haut.

Dans le cas du tube graphite pour l'analyse de matières solides sans ouverture de pipettage, il n'y a pas de sens privilégié.

- 4. Fermer le four à tube graphite à l'aide du bouton [CLOSE FURNACE].
- 5. Dans la zone TUBE GRAPHITE, saisir les paramètres CYCLES DE CHAUFFAGE et DUREE DE VIE du tube graphite installé.
- Formater le tube graphite. Dans la partie DEF. FORMAT TUBE, actionner le bouton [START] (→ Section « Formatage du tube graphite », page 59).

- Paroi du four
- 2 Tube graphite, mis en place



Fig. 34 Four à tube en graphite ouvert avec tube en graphite mis en place



### ATTENTION

Risque de brûlure !

Laisser le four à tube graphite refroidir avant de retirer le tube graphite.



#### NOTE

Ne jamais toucher le tube graphite à mains nues ! Les traces de doigts se matérialisent dans le système et détruisent prématurément la couche de pyrolyse du tube.

- 1. Ouvrir le four à tube graphite (voir paragraphe ci-dessus).
- 2. Retirer le tube en graphite avec une pincette en plastique, ou à la main, en pensant à utiliser de la cellulose.
- 3. Mettre un nouveau tube graphite en place (voir ci-dessus) et fermer le four graphite.

#### 4.8.4 Formatage du tube graphite

Lors du formatage du tube graphite,

- de l'oxygène atmosphérique est libéré du four et la force d'appui de la partie mobile du four est adaptée,
- la température du tube est ré-étalonnée,

- la couche de pyrolyse est conditionnée dans le tube graphite venant d'être inséré,
- le four est nettoyé après des pauses.

Le four doit être formaté :

- après la mise en marche du spectromètre
- après la fermeture du four auparavant ouvert

Le programme de formatage contient neufs niveaux de température programmés sur des valeurs fixes.

Le formatage est lancé dans la fenêtre FURNACE – CONTROL Pendant le formatage, le niveau de température actuel, la durée et la vitesse du chauffage sont affichés dans la fenêtre **Formater four**. Au cours des cinq premiers niveaux, le four et le tube graphite sont nettoyés et conditionnés (adaptation des contacts entre le tube graphite et les électrodes). A l'aide de capteurs spéciaux, la température du four est mesurée dans les quatre derniers niveaux. Après le dernier niveau de température, le facteur de formatage est édité pour corriger la température du four. La température du four corrigée permet d'avoir des résultats exacts à la mesure.

Si le facteur de formatage est réglé sur > +10 %, il n'y aura plus de correction de la température, mais le programme actuel température-temps (TZP) pourra encore être lancé après avoir confirmé un message correspondant sur l'écran. La température doit encore être adaptée le cas échéant manuellement dans le programme de four.

- 1. Avec le bouton  $\Theta$ , on ouvre la fenêtre FURNACE CONTROL (Fig. 33p. 58).
- 2. Dans la fenêtre FURNACE CONTROL, saisir les données spécifiques au four graphite actuel :

Nouveau tube graphite	Heat cycles	0
	Life time	0
Tube graphite utilisé	Heat cycles	valeur actuelle du tube graphite
	Life time	valeur actuelle du tube graphite

3. Dans la partie FORMAT TUBE, actionner le bouton [START].

#### 4.8.5 Nettoyage / évaporation du tube graphite

- 1. Avec le bouton , on ouvre la fenêtre FURNACE CONTROL (Fig. 33 p. 58).
- 2. Dans la partie CLEAN FURNACE, définir les paramètres suivants :

Темр. [°С]	Température finale à atteindre pendant l'étuvage. La température finale devrait être d'env. 50 °C supérieure à la tem- pérature d'atomisation précédente.
Ramp [°C/s]	Vitesse d'étuvage
Hold [s]	Régler la durée de maintien

 Lancer l'étuvage à l'aide du bouton [START] dans la partie CLEAN FURNACE. La phase d'étuvage peut être répétée plusieurs fois, éventuellement à une température supérieure.

Le programme de température suivant est réservé au tube graphite revêtu d'iridium (voir le manuel d'utilisation de l'accessoire) :

EtuvageEvaporationTEMP. [°C]2 200 °C2 600 °C ou plusRAMP [°C/s]500 °C/s500 °C/sHOLD [S]10 sNe pas sélectionner une durée de maintien supérieure à 10 s<br/>, sans quoi le four serait soumis à des contraintes<br/>inadmissibles.

Etuvage/Evaporation du tube graphite revêtu d'iridium (technique HydrEA)

Le processus d'étuvage et/ou d'évaporation peut être répété plusieurs fois.

## 4.9 Passeur d'échantillon AS-GF

#### 4.9.1 Installation du passeur d'échantillons



#### NOTE

Toujours arrêter le ZEEnit 700 P avant tous travaux d'installation et de désinstallation de l'AS-GF !

Le branchement et le débranchement de contacts électriques peut endommager l'électronique sensible du ZEEnit 700 P.

**Note :** Sélectionner un emplacement sûr pour compléter l'AS-GF. L'appareil peut facilement basculer.



Fig. 35 Installation de l'AS-GF

- 1 Logement de gauche dans le compartiment à échantillons 7
- 2 Vis d'ajustage 1 (pour coordonnée Y)
- 3 Vis d'ajustage 2 (pour coordonnée X)
- 4 Support de tuyau
- 5 Vis d'ajustage 3 (pour coordonnée X)

- Récipient de rinçage
- 8 Guide de tuyau avec écrou de serrage
- 9 Vis d'arrêt
- 10 Vanne en T du doseur
- 11 Seringue de dosage
- 6 Logement de droite dans le compartiment à échantillons 12 Vis de serrage pour tige de piston
- 1. Installer le guide de tuyau (8, Fig. 35) sur le bras de prélèvement de l'AS-GF et le fixer avec la vis d'arrêt.
- 2. Visser manuellement le tuyau de dosage dans l'orifice droit de la vanne en T (10, Fig. 35) sur le doseur. Enfiler le tuyau de dosage par le support de tuyau à l'arrière du passeur d'échantillon et sur le bras de prélèvement. Introduire le tuyau de dosage dans le guide (8, Fig. 35) jusqu'à ce que l'extrémité du tuyau dépasse du guide d'environ 8 mm vers le bas, puis fixer le tuyau avec l'écrou de serrage.
- 3. Brancher la ligne de commande dans la fiche à l'arrière de l'AS-GF et la bloquer.
- Accrocher l'AS-GF dans les logements du compartiment à échantillons (1 et 6, Fig. 35). Contrôler à l'aide d'un niveau à bulle l'horizontalité du passeur d'échantillon, et le cas échéant, l'aligner avec la butée réglable en profondeur dans le compartiment à échantillons (4, Fig. 32 p. 57).
- 5. En cas de besoin, aligner l'AS-GF par rapport au four (ajustage grossier) : Pivoter manuellement le bras de prélèvement par l'ouverture de dosage dans le tube en graphite. Si le tuyau de dosage ne rencontre pas l'orifice, le dispositif d'accrochage du passeur d'échantillon doit être décalé vers l'avant ou l'arrière. Pour cela, décrocher le passeur d'échantillon du compartiment à échantillons. Décaler le dispositif d'accrochage à droite et à gauche à l'aide de la vis d'ajustage 1 et de la vis de réglage (2 et 4, Fig. 36)



Fig. 36 Alignement de l'AS-GF avec vis de réglage et vis d'ajustage 1

1 Coulisseau avec dispositif d'accrochage gauche

2

Vis d'ajustage 1

- 4
- 3 Coulisseau avec dispositif d'accrochage droit4 Vis de réglage
- 6. Brancher la ligne de commande dans la fiche sur le bloc de jonction de l'appareil AAS sur la face arrière droite (raccordement Distributeur Graphite, 10, Fig. 23 p. 48).
- 7. Poser le panier à échantillons sur l'axe de l'AS-GF et l'encliqueter.
- 8. Poser le couvercle de manière à ce qu'il se trouve dans le rail de guidage.
- 9. Mettre l'ordinateur et le ZEEnit 700 P sous tension, attendre les étapes d'initialisation, démarrer le logiciel ASpect LS.
- 10. Le cas échéant, monter la seringue de dosage sur le doseur ( $\rightarrow$  Section « Remplacement de la seringue de dosage », p. 100).
- 11. Procéder à l'alignement exact du passeur d'échantillon (→ Section « Ajustage de la AS-GF », p. 64).

Avant tous travaux d'installation de la technique HydrEA, le tube en graphite doit être recouvert d'iridium ou d'or (voir le manuel du système d'analyse des hydrures). Pour ce faire, utiliser le tuyau de dosage utilisé en mode Graphite.

- 1. Mettre l'appareil AAS hors tension et installer le système d'analyse des hydrures (par ex. HS 60 modulaire).
- 2. Pour la technique HydrEA, retirer le guide de tuyau et le tuyau de dosage du bras de prélèvement de l'AS-GF. Installer la canule en titane sur le bras de prélèvement et la fixer avec la vis d'arrêt.
- 3. Brancher le tuyau pour gaz de réaction sur la canule en titane.

Préparation du passeur d'échantillon pour la technique HydrEA

#### 4.9.2 Ajustage de la AS-GF

L'AS-GF est déjà installée dans le compartiment d'échantillons du four à tube graphite, comme indiqué dans la section "Installation du passeur d'échantillons" p. 61. L'alignement exact de l'AS-GF par rapport au four est supporté par le logiciel. Le passeur d'échantillon est orienté de façon à pouvoir déposer les échantillons de manière optimale dans le tube en graphite.



Fig. 37 Ajustage de l'AS-GF

- 1 Vis d'ajustage 1 avec contre-écrou
- 2 Vis d'ajustage 2 avec contre-écrou
- 3 Vis d'ajustage 3 avec contre-écrou
- 4 Outil d'ajustage
- 5 Guide de tuyau avec écrou de serrage
- 6 Outil d'ajustage avec four ZEEman ouvert
- 1. Démarrer le logiciel ASpect LS, ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec l'icône 🛱, puis basculer sur l'onglet TECHN. PARAMETERS.
- 2. Démarrer l'ajustage à l'aide du bouton [ALIGN AS-GF TO FURNACE].
- 3. Suivre les instructions des boîtes de dialogue du logiciel.

Le programme activé prévoit :

- l'alignement de l'AS-GF par rapport au four
- le réglage de la profondeur d'immersion

Les opérations suivantes sont traitées successivement :

- Faire glisser le tuyau de dosage d'env. 8 mm hors de la canule du bras de prélèvement et le sécuriser avec l'écrou de serrage.
- Ouvrir le four ZEEman et y déposer l'outil d'ajustage.
- Abaisser le bras de prélèvement commandé par logiciel sur l'outil d'ajustage.
- Aligner l'axe x à l'aide des boutons [LEFT]/[RIGHT] sur la croix d'ajustement.
- Régler l'axe y avec la vis d'ajustage 1.

	<ul> <li>Ajuster éventuellement le réglage de l'axe x avec les vis d'ajustage 2 et 3.</li> </ul>				
	<ul> <li>Régler l'axe z commandé par logiciel : Abaisser le bras de prélèvement jusqu'à l'arête supérieure de l'outil d'ajustage de manière à immerger le tuyau de dosage dans l'ouverture de dosage.</li> </ul>				
	Les paramètres des axes x et z sont enregistrés dans le logiciel.				
	<ul> <li>Sécuriser le réglage des vis d'ajustage à l'aide de contre-écrous.</li> <li>Retirer l'outil d'ajustage et déposer le cône de dosage.</li> </ul>				
	Régler la profondeur d'injection de l'échantillon dans le tube en graphite :				
	<ul> <li>Abaisser le bras de prélèvement commandé par logiciel. Le tuyau de dosage est immergé dans le tube en graphite.</li> </ul>				
	<ul> <li>Desserrer le contre-écrou, poser le tuyau de dosage sur le fond tubulaire et, le cas échéant, contrôler la position avec la caméra du four et le fixer à l'aide d'un écrou de serrage.</li> </ul>				
	<ul> <li>Amener le bras de prélèvement commandé par logiciel sur la profondeur opti- male de distribution (env0,8 mm pour une quantité d'échantillon de 20 μL).</li> </ul>				
	Pour de plus amples informations sur les réglages du passeur d'échantillon, voir le manuel d'utilisation « ASpect LS » / section « Paramètres techniques du passeur d'échantillon ».				
Équipement du panier à échantillons de l'AS-GE	1. Équiper les positions de l'AS-GF de la manière suivante :				
	Positions 1 – 100 Vials échantillons de 1,5 mL				
	Positions 101 – 108 Récipients spéciaux de 5 mL				
	2. Poser le couvercle des échantillons avec précision.				
	<ol> <li>Étape de travail suivante : remplir le flacon de rinçage. En cas de besoin, vider le flacon de déchets et éliminer les restes de manière réglementaire. Mesurer.</li> </ol>				

L'équipement du panier à échantillons doit correspondre au réglage logiciel défini dans la méthode ou dans l'ID des échantillons.

#### 4.9.3 Désinstallation du passeur d'échantillon AS-GF

- 1. Mettre le ZEEnit 700 P hors tension !
- 2. Dans le cas du couplage HydrEA : Retirer le tuyau pour gaz de réaction de la canule en titane. Desserrer l'écrou de serrage, puis retirer la canule en titane du bras de prélèvement.
- 3. Retirer la ligne de commande de la fiche sur la paroi latérale droite de l'appareil AAS (raccordement Distributeur Graphite).
- 4. Desserrer la vis d'ajustage 1 et décrocher le passeur d'échantillon AS-GF.

### 4.9.4 Remarque sur l'installation du SSA600



#### NOTE

Les galets d'appui excentriques doivent être prémontés en restant encore absolument rotatifs pour accrocher le distributeur d'échantillons solides SSA 600 !

Pour les galets excentriques, utiliser de chaque côté l'alésage libre situé le plus en avant. Dès que le SSA 600 se trouve dans la fixation AS-GF, appuyer et bloquer le galet excentrique sur la paroi droite du distributeur d'échantillons.

## 4.10 Technique de flamme

#### 4.10.1 Raccordements du compartiment d'échantillons



Fig. 38 Raccordements au système brûleur / nébuliseur

- 1 Module d'ignition automatique
- 2 Brûleur
- 3 Marquages de positionnement
- 4 Goujon fileté pour la fixation du brûleur
- 5 Suspension pour SFS 6
- 6 Suspension AS-F/AS-FD, droite
- 7 Prises de raccordement pour dispositif Scraper, capteur de siphon et SFS 6
- 8 Réglage en hauteur

- -
- 9 Arrivée de l'échantillon liquide
- 10 Tuyau d'évacuation du siphon
- 11 Raccord de l'agent d'oxydation (tuyau bleu)
- 12 Suspension AS-F/AS-FD, gauche
- 13 Raccordement l'agent d'oxydation supplémentaire (tuyau noir)
- 14 Raccord de gaz combustible (tuyau rouge)
- 15 Vis de fixation pour l'étrier de retenue

#### 4.10.2 Paramètres logiciels définis par le fabricant pour la technique de flamme

Dans la fenêtre QUICKSTART du logiciel ASpect LS, vous réglez les options pour la technique de flamme (voir mode d'emploi/aide ASpect LS). L'interface du logiciel avec les paramètres de la méthode et de l'appareil est adaptée en conséquence.

#### 4.10.3 Installation pour l'alimentation manuelle des échantillons

En mode d'alimentation manuelle, l'échantillon est amené directement au système brûleur / nébuliseur. Il est possible d'utiliser le commutateur d'injection SFS 6.



Fig. 39 Technique de flamme, alimentation manuelle des échantillons

1 Brûleur

3

- 2 Dispositif d'accrochage du réglage en hauteur
  - Système chambre de mélange / nébuliseur
- 4 Tuyau de prélèvement de l'échantillon sur le nébuliseur
- 5 Câble de raccordement du capteur du siphon
- 6 Coupelle d'échantillon
- 7 Tablette porte-échantillons
- 8 Tuyau d'évacuation du siphon
  - 9 Raccords de gaz



#### NOTE

Arrêter le ZEEnit 700 P avant de procéder à l'installation ! Le branchement et le débranchement de contacts électriques peut endommager l'électronique sensible.

- 1. Retirer le capuchon de protection rouge du tube de la chambre de mélange.
- 2. Fixer le système chambre de mélange / nébuliseur sans brûleur, sur le dispositif de fixation du réglage en hauteur.

Le marquage blanc sur le tube de la chambre de mélange doit se situer au-dessus du bord du dispositif de fixation (3, Fig. 38 p. 66).

- 3. Glisser le bac collecteur sous le système de brûleur / nébuliseur, dans le compartiment d'échantillons.
- 4. Accrocher la tablette porte-échantillons dans les guides placés sous l'appareil.
- Placer le tuyau d'écoulement depuis le manchon du siphon à travers l'orifice dans la tablette sur le manchon ou dans l'ouverture correspondante du couvercle du récipient collecteur.

**Note :** poser un tuyau d'évacuation avec pente continue. Raccourcir le tuyau s'il y a lieu. Le tuyau ne doit pas se trouver dans le liquide.

- 6. Remplir le siphon d'eau via le tube de la chambre de mélange, jusqu'à ce que l'eau se déverse dans le tuyau d'évacuation.
- 7. Raccorder l'alimentation en gaz :
  - Raccorder le gaz combustible (tuyau rouge, 14 dans Fig. 38).
  - Raccorder l'oxydant (tuyau bleu, 11 dans Fig. 38).
  - Raccorder l'oxydant auxiliaire (tuyau noir, 13 dans Fig. 38).
- 8. Déposer le brûleur nécessaire (50 mm ou 100 mm) sur le tube de la chambre de mélange en fonction de l'opération de mesure, le tourner jusqu'en butée et serrer. Attention à l'assise correcte du brûleur.
- 9. Brancher le connecteur du capteur du siphon dans le raccord sur le côté droit du compartiment d'échantillons (7, Fig. 38).
- 10. Avec l'utilisation du Scraper, raccorder son connecteur sur le raccord correspondant dans la paroi droite du distributeur d'échantillons (7, Fig. 38).

# Module d'injection SFS 6 Si vous utilisez le module d'injection SFS 6, installer le module d'injection SFS 6 $(\rightarrow$ section « Installation du module d'injection SFS 6 »).

11. Déposer les coupelles d'échantillons et de rinçage sur la tablette porte-échantillons.

- 12. Glisser le tuyau de prélèvement sur les canules du nébuliseur.
- 13. Accrocher la vitre de sécurité et la glisser devant le brûleur.
- 14. Mettre le ZEEnit 700 P sous tension et démarrer le logiciel.

Etapes du travail de la désinstallation

- 1. Mettre le ZEEnit 700 P hors tension.
- Si vous avez utilisé le module d'injection SFS 6, mettre le module d'injection SFS 6 hors service (→ Section « Mise hors service du module d'injection SFS 6 » p. 73).
  - 3. Retirer les coupelles d'échantillons et de rinçage de la tablette porte-échantillons.

#### 4.10.4 Installation pour le mode de travail en continu

En mode de travail en continu, les échantillons sont alimentés par le passeur d'échantillon AS-F ou AS-FD.



Fig. 40 AAS avec passeur d'échantillon AS-FD et SFS 6

- 1 Flacon de réserve pour diluant
- 2 Module fluidique avec doseur
- 3 Flacon de réserve pour solution de rinçage
- 4 Tuyau pour solution de rinçage vers SFS 6
- 5 Tuyaux gainés pour solution de rinçage et diluant
- 6 Tuyau du bras de prélèvement vers SFS 6
- 7 Module d'injection SFS 6 (si disponible)
- 8 Tuyau pour diluant (canule épaisse) et tuyau d'aspiration d'échantillon (canule mince)
- 9 Tuyau d'aspiration d'échantillon



#### NOTE

Arrêter le ZEEnit 700 P avant de procéder à l'installation ! Le branchement et le débranchement de contacts électriques peut endommager l'électronique sensible.

Installation du système brûleur/nébuliseur

- 1. Mettre le ZEEnit 700 P hors tension.
- 2. Retirer le capuchon rouge du tube de la chambre de mélange.
- Serrer le système chambre de mélange/nébuliseur sans brûleur sur le dispositif de fixation du réglage en hauteur.
   La chambre de mélange doit être alignée avec le réglage en hauteur et le repère doit se situer au-dessus du bord du dispositif de fixation (3, Fig. 38 p. 66).
- 4. Glisser le bac collecteur sous le système brûleur/nébuliseur dans le compartiment à échantillons.
- 5. Insérer le tuyau d'évacuation du manchon du siphon sur le manchon ou dans l'ouverture concernée du couvercle du flacon de collecte.

Note : poser le tuyau d'évacuation en pente continue. Le cas échéant, raccourcir le tuyau. Celui-ci ne doit pas être immergé dans la solution. 6. Remplir le siphon d'eau par le tube de la chambre de mélange jusqu'à ce que l'eau s'écoule par le tuyau d'évacuation. 7. Insérer la fiche du capteur de siphon dans le raccordement sur la paroi droite du compartiment à échantillons (7, Fig. 38 p. 66). 8. Raccorder l'alimentation en gaz : Raccorder le gaz combustible (tuyau rouge, 14 dans Fig. 38). Raccorder l'oxydant (tuyau bleu, 11 dans Fig. 38). Raccorder l'oxydant auxiliaire (tuyau noir, 13 dans Fig. 38). 9. Placer le brûleur nécessaire (50 mm ou 100 mm) sur le manchon en fonction de l'opération de mesure, le tourner jusqu'en butée et serrer. Veiller à l'assise correcte du brûleur. En cas d'utilisation du module d'injection SFS 6, installer le module d'injection SFS 6 Installation du module  $(\rightarrow$  Section « Installation du module d'injection SFS 6 », p. 72) d'injection Installation du passeur 1. Accrocher le passeur d'échantillon dans les logements correspondants du compartiment à échantillons (6 et 12, Fig. 38 p. 66). Régler la vis d'ajustage sur le disposid'échantillon tif d'accrochage droit de manière à ce que le passeur d'échantillon ne puisse pas glisser de l'alésage de logement (3, Fig. 41 p. 71). 2. Mettre le module fluidique (pour AS-FD) ou le flacon de réserve pour solution de rinçage (pour AS-F) à côté de l'appareil AAS. 3. Brancher le câble de commande pour connecter le passeur d'échantillon au module fluidique et à l'appareil AAS dans les raccordements à l'arrière du passeur d'échantillon et le bloquer (1 et 2, Fig. 41). 4. Brancher le câble de commande dans le raccordement « Distributeur Flamme » sur la paroi latérale droite du ZEEnit 700 P (1, Fig. 23 p. 48) et le bloquer. 5. Insérer le tuyau d'évacuation sur le manchon d'évacuation du passeur d'échantillon (à l'arrière, 4, Fig. 41). Insérer le tuyau d'évacuation sur le manchon ou dans l'ouverture concernée du couvercle du flacon de collecte. Note : poser le tuyau d'évacuation en pente continue. Le cas échéant, raccourcir le tuyau. Celui-ci ne doit pas être immergé dans la solution. Visser le tuyau pour solution de rinçage à l'arrière du passeur d'échantillon (5, Fig. 41). Note : Dans le cas de l'AS-FD, les tuyaux pour connecter le passeur d'échantillon et le module fluidique sont reliés par une gaine et numérotés. Les tuyaux sont fixés à l'aide de la patte de fixation à l'arrière du passeur d'échantillon. Marquage du tuyau de rinçage « 2 ». 7. Dans le cas de l'AS-FD, guider le tuyau de dosage pour diluant (marquage « 1 ») grâce au guide de tuyau sur le bras de prélèvement et le brancher sur la canule plus épaisse du bras de prélèvement. Note : hors tension, le bras de prélèvement peut être déplacé manuellement. 8. Brancher le tuyau d'aspiration d'échantillon sur le nébuliseur. 9. Brancher le tuyau d'aspiration d'échantillon sur la canule mince du bras de prélèvement via le guide de tuyau sur le bras de prélèvement.

10. Poser le panier à échantillons sur le boîtier du passeur d'échantillon et veiller à bien l'encliqueter.

**Note :** la commande ne démarre pas le passeur d'échantillon ou l'arrête automatiquement, si aucun panier à échantillons n'est posé.

11. Poser le couvercle de manière à ce qu'il se trouve dans le rail de guidage.



Fig. 41 Face arrière du passeur d'échantillon AS-FD

- Raccordement Module fluidique
   Raccordement AAS
- 3 Dispositif d'accrochage avec vis
- d'ajustage 4 Manchon pour tuyau d'évacuation
- 5 Vis pour tuyau de rinçage



- 1 Flacon de réserve pour solution de rinçage
- 2 Raccordement pour diluant
- 3 Raccordement Tuyau de dosage (vers AS-FD)
- 4 Seringue de dosage, composée d'un piston et d'un cylindre en verre
- 5 Bielle de commande avec vis de fixation
- 6 Flacon de réserve pour diluant

Fig. 42 Doseur sur le module fluidique de l'AS-FD

- Le cas échéant, monter la seringue de dosage sur le doseur (→ Section « Remplacement de la seringue de dosage », p. 100).
- 2. Mettre les flacons de réserve pour solution de rinçage (à gauche) et diluant (à droite) dans les supports du module fluidique.
- 3. Immerger le tuyau court (marquage sur le tuyau « 3 ») dans le flacon de réserve pour diluant. Visser la deuxième extrémité du tuyau sur la vanne (2, Fig. 42).
- 4. Visser le tuyau de dosage pour diluant (gainé, marquage « 1 ») sur le deuxième raccordement de la vanne (3, Fig. 42).

Préparation du module fluidique (pour AS-FD)

5. Immerger le tuyau pour solution de rinçage (marquage « 2 ») dans le flacon de réserve.

Désinstallation des passeurs d'échantillon AS-F/AS-FD

- 1. Mettre le ZEEnit 700 P hors tension.
- 2. Débrancher le tuyau d'aspiration d'échantillon de la canule mince du bras de prélèvement.
- 3. Débrancher le tuyau pour solution de rinçage à l'arrière du passeur d'échantillon.
- 4. Dans le cas de l'AS-FD, débrancher le tuyau de dosage pour diluant de la canule plus épaisse. Retirer les deux tuyaux gainés de la patte de fixation à l'arrière du passeur d'échantillon.
- 5. Retirer le tuyau d'évacuation du manchon du passeur d'échantillon (à l'arrière).
- 6. Débrancher les deux câbles de commande à l'arrière du passeur d'échantillon.
- 7. Retirer le passeur d'échantillon du compartiment à échantillons.

Désinstallation du SFS 6 En cas d'utilisation du module d'injection, mettre le module d'injection SFS 6 hors service ( $\rightarrow$  Section « Installation du module d'injection SFS 6 »).

#### 4.10.5 Installation du module d'injection SFS 6



Fig. 43 SFS 6 installé sur le ZEEnit 700 P

2

- 1 Tuyau vers l'échantillon / le passeur d'échantillon 3
  - Tuyau vers le nébuliseur 4
- Câble de connexion de la commande du SFS 6
- 4 Tuyau de la solution de rinçage
1. Visser les tuyaux de prélèvement sur les raccordements disponibles du module d'injection :

Tuyau de longueur moyenne dans le raccord supérieur - vers échantillon

Tuyau court dans le raccord latéral – vers canule du nébuliseur

Tuyau long dans le raccord inférieur - vers solution de rinçage

- 2. Accrocher le module d'injection dans le dispositif d'accrochage, placé à l'avant du réglage en hauteur.
- 3. Au niveau du réglage par défaut (non alimenté), le tuyau est maintenant validé pour véhiculer la solution porteuse (solution de rinçage).
- 4. Insérer le câble de commande dans la fiche inférieure à deux pôles, placée sur la paroi de droite du compartiment d'échantillons et serrer.
- 5. Glisser la partie courte du tuyau sur la canule du nébuliseur.
- 6. Plonger le tuyau de la solution de rinçage (long tuyau) dans le flacon de réserve contenant la solution de rinçage.
- 7. Plonger le tuyau de prélèvement (longueur médiane de tuyau) dans la coupelle d'échantillons ou le relier à la canule de prélèvement du distributeur d'échantillons.
- Retirer les tuyaux d'aspiration du flacon de solution de rinçage et du vial échantillon (en fonctionnement manuel) ou de la canule d'aspiration du passeur d'échantillon, puis vider entièrement le système.
  - 2. Retirer le tuyau court de la canule du nébuliseur.
  - 3. Débrancher le câble de commande du SFS 6 de l'AAS, puis retirer le module d'injection.

#### 4.10.6 Installation ultérieure du dispositif Scraper

Lors de travaux effectués à la flamme de protoxyde d'azote, il est recommandé d'utiliser un racleur. Il est possible également de retirer manuellement les dépôts de carbone de la fente du brûleur à l'aide d'un grattoir. Sur demande, le dispositif Scraper est fourni, préinstallé sur le brûleur de 50 mm. Il peut cependant être monté ultérieurement sur un brûleur de 50 mm.



#### NOTE

En cas de débits de gaz combustible > 250 NL/h, veiller aux dépôts qui se fixent. Le cas échéant, les retirer afin de garantir le bon fonctionnement du racleur.

- 1. Dévisser les vis de la mâchoire avant du brûleur (flèches dans Fig. 44) (la vis de fixation du brûleur sur le manchon de la chambre de mélange se trouve sur le côté de la mâchoire avant du brûleur).
- Dévisser le rail de fixation (1, Fig. 45) avec les vis moletées (3, Fig. 45) du dispositif Scraper.

Les vis moletées ne peuvent pas être perdues et restent fixées dans le dispositif Scraper.

 Monter le rail de fixation sur le corps du brûleur. Pour ce faire, utiliser les vis en titane et les écrous longs qui ont été joints à la livraison. Glisser les vis dans la mâchoire avant du brûleur et visser le rail de fixation avec des écrous.

Mise hors service du module d'injection SFS 6 4. Glisser le dispositif Scraper sur les tiges de guidage (2, Fig. 45) et visser avec les vis moletées (3, Fig. 45).



Fig. 44 Vis sur la mâchoire avant du brûleur



Fig. 45 Rail de fixation/Vis moletées sur le dispositif Scraper

- 1 Rail de fixation du dispositif Scraper
- 2 Tiges de guidage

#### 4.10.7 Changement de brûleur



#### ATTENTION

Risque de brûlure ! Pour le retrait du brûleur chaud, utiliser une petite fourche spéciale (accessoire disponible en option). Sans quoi, attendre que le brûleur ait refroidi.

3 Vis moletées

- 1. Glisser la vitre de sécurité vers le haut.
- 2. Déverrouiller la vis de blocage du brûleur et retirer le brûleur. Si possible, utiliser la petite fourche.
- 3. Déposer le nouveau brûleur sur le manchon de la chambre de mélange, tourner vers 0° jusqu'en butée et bloquer avec la vis de blocage.

## 4.11 Mise en service du ZEEnit 700 P avec accessoires

#### 4.11.1 Ordre de mise en marche, début des travaux quotidiens

- 1. Enclencher le PC et attendre l'initialisation du programme : les icônes de l'application s'affichent à l'écran, parmi lesquelles se trouve l'icône du programme ASpect LS.
- 2. Mettre le ZEEnit 700 P sous tension : actionner l'interrupteur vert MARCHE/ARRET placé sur la paroi latérale.
- 3. Démarrer le programme ASpect LS : double-cliquer sur l'icône ASpect LS à l'aide du pointeur de la souris.
- 4. Enclencher l'imprimante et le compresseur, si vous en avez besoin.

Le système AAS est maintenant enclenché. Vous pouvez commencer les travaux (préparation de l'analyse et de la mesure).



#### NOTE

Le groupe de refroidissement mobile KM 5 est piloté par le ZEEnit 700 P et n'est donc pas mis en marche/arrêté manuellement.

#### 4.11.2 Ordre de mise à l'arrêt

 Sur le PC, quitter le logiciel d'application ASpect LS : cliquer sur la commande de menu FILE ► EXIT. (Si le menu n'est pas disponible, voir le manuel "ASpect LS" pour les autres solutions possibles.).

La fenêtre "Quitter le programme AAS ?" s'affiche.

- 2. Si vous avez des valeurs qui n'ont pas été enregistrées, vous décidez d'enregistrer les données/informations ou non avant de quitter le programme.
- 3. Arrêter l'ordinateur.
- 4. Couper l'alimentation électrique au niveau des interrupteurs suivants (dans l'ordre indiqué ci-après) :
  - Compresseur
  - Accessoires AAS (p. ex. système à hydrures)
  - AAS
  - Imprimante
  - PC
  - ✓ Le système AAS est maintenant mis à l'arrêt.

# 5 Entretien et maintenance



## AVERTISSEMENT

Risque d'électrocution !

Avant de procéder aux travaux de maintenance, arrêter le ZEEnit 700 P et débrancher la fiche secteur. Le ZEEnit 700 P est séparé de manière sûre du réseau uniquement en débranchant la fiche secteur. Lorsque l'interrupteur principal est actionné, certaines parties du spectromètre ainsi que la prise de sortie restent sous tension.

Ceci ne concerne pas les travaux de maintenance qui exigent le fonctionnement de l'appareil AAS et du logiciel de commande, p. ex. la cuisson du tube graphite.



## AVERTISSEMENT

Risque de détériorations des yeux et de la peau sous l'effet du rayonnement UV !

La HKL, la  $D_2$ -HKL, le tube graphite chauffé (T > 1000 °C) et la flamme du brûleur émettent un rayonnement sur la plage UV. Ne jamais regarder le rayonnement des lampes, le tube graphite ou la flamme sans lunettes de protection UV. Protéger la peau du rayonnement.

Avant d'ouvrir la porte du compartiment des lampes, éteindre les lampes via le logiciel de commande et d'évaluation ASpect LS : Dans la fenêtre SPECTROMETER / CONTROL, régler dans la zone OPTICAL PARAMETERS l'intensité des lampes exprimée en [mA] sur zéro. Dans la liste déroulante BACKGROUND CORRECTION, sélectionner l'option NO BACKGROUND. Cliquer sur [SET]. Répondre par la négative au message d'erreur.

Placer le miroir à main d'observation de la position des échantillons ou du séchage des échantillons liquides uniquement à gauche du four à tube graphite dans la trajectoire du faisceau. Toute observation à droite du four entraîne un risque de réflexion du rayonnement UV.



## **AVERTISSEMENT**

L'exploitant est chargé de décontaminer de manière appropriée l'appareil avant de procéder à la maintenance ou à la réparation. Ceci s'applique aux cas de contamination de l'appareil à l'extérieur ou à l'intérieur par des substances dangereuses.



## ATTENTION

L'utilisateur n'est pas autorisé à effectuer des travaux d'entretien et de maintenance sur l'appareil et les composants autres que ceux décrits dans le présent chapitre.

Respecter les instructions de la section « Consignes de sécurité » p. 9. Le respect des consignes de sécurité est essentiel au bon fonctionnement de l'appareil. Respecter tous les avertissements et indications apposés sur l'appareil ou affichés à l'écran par le logiciel de commande ASpect LS.

Pour garantir le fonctionnement optimal et sûr de l'appareil, faire contrôler le ZEEnit 700 P une fois par an par le service clientèle d'Analytik Jena.



## ATTENTION

Risque de brûlure au contact des surfaces chaudes ! Avant d'effectuer la maintenance du four à tube graphite et du système brûleur/nébuliseur, respecter les phases de re-froidissement.

## 5.1 Sommaire des travaux de maintenance

	Tableau 8         Sommaire des travaux de maintenance	
Objet de la maintenance	Opération	Raison, fréquence
Appareil de base		
Fusible	Remplacement du fusible	Si nécessaire
Compartiments d'échantillons	Nettoyage des résidus de sublimation. Nettoyage des résidus liquides dans le bac.	Régulièrement S'il y a des résidus dans le bac
	Nettoyage de la fenêtre d'entrée et de sortie du rayonnement dans le compartiment d'échantillons.	Avec un contrôle visuel : salis- sures, résidus de recuit Lorsque des pertes d'énergie sont observées
Four à tube graphite		
Tube graphite	Nettoyage par évaporation via le programme de nettoyage enregistré dans le logiciel de commande.	1 fois par jour
Tube graphite revêtu d'iridium	Evaporer la couche d'iridium.	Après env. 500 atomisations ou pour refaire le revêtement (Les dérangements se tradui- sent par des résultats erronés)
Fenêtre du four	Nettoyer à l'aide d'un chiffon non pelucheux, imprégné d'al- cool. Dans le cas de salissures difficiles à éliminer, utiliser un surfactant doux.	Chaque semaine
Electrodes graphite	Nettoyer les surfaces de contact des électrodes à l'aide d'un coton-tige, d'un chiffon non pelucheux imprégné d'alcool ou de papier buvard.	Régulièrement
	Contrôler la présence de débits, changer s´il le faut.	Semestriel
Insert de pipette	Nettoyer et laver.	Peut être nécessaire une fois par jour, suivant le type d'échantillons
Echantillonneur autom	atique AS-GF / AS-F et AS-FD	
Tuyau de dosage/ Canules	Contrôler la présence de dépôts, pliures et fissures.	Contrôle régulier, étant donné que les dépôts peuvent falsi- fier les résultats de la mesure.
Coupelle de rinçage, coupelle de mélange	Nettoyage.	Régulièrement
Raccords de gaz		
	Contrôler l'étanchéité.	Si les raccordements viennent d'être réalisés et si une nette baisse de pression est obser- vée sur le manomètre.
Système brûleur-nébul	liseur	
	Démontage et nettoyage.	Suivant les échantillons analy- sés (échantillons médicaux ou avec une haute teneur en sel)

Groupe de refroidissement mobile KM5			
Récipient d'eau	Contrôler le niveau d'eau dans le récipient d'eau et remplir avec de l'eau détartrée	Après vidage, sinon chaque trimestre	
Lamelles de refroidis- sement	Veiller à ce qu'ils soient propres	En permanence	
Compresseur à piston			
Récipient sous pres- sion, collecteur de liquide sur le filtre détendeur	Purge de l'eau de condensation	1 fois par semaine	
Filtre d'aspiration	Contrôle	1 fois par mois	
	Nettoyage ou remplacement	2 fois par an	
Huile	Contrôle du niveau d'huile	1 fois par semaine	
	Changement d'huile	1 fois par an	

## 5.2 Appareil de base

#### 5.2.1 Remplacement des fusibles



#### AVERTISSEMENT

Risque de choc électrique ! Avant de remplacer les fusibles, toujours arrêter le ZEEnit 700 P avec l'interrupteur secteur et débrancher l'appareil.

Les fusibles d'entrée secteur (F1, F2) et le fusible interne pour l'alimentation en courant magnétique (F1 interne MagPS) peuvent uniquement être remplacés par le service clientèle d'Analytik Jena ou les personnes autorisées par Analytik Jena.

Les fusibles du ZEEnit 700 P se trouvent au dos de l'appareil. Ils sont repérés.

Tableau 9 Aper		
Numéro du fusible	Туре	Circuit électrique protégé
F1	32 A/T	Entrée du réseau
F2	32 A/T	Entrée du réseau
F3	T 6,3 A/H	Prise de courant pour accessoires externes
F4	T 6,3 A/H	Prise de courant pour accessoires externes
F5	T 2,5 A/H	Côté primaire transformateur, NTL
F6	T 2,5 A/H	Côté primaire transformateur, NTL
F7	T 6,3 A/H	Alimentation en courant magnétique
F8	T 6,3 A/H	Alimentation en courant magnétique
F9	T 0,08 A	D2-HKL
F10	T 0,25 A	HKLs
F11	T 0,08 A	Courant Boost
F12	T1A	Chauffage pour courant Boost

Fusibles placés au dos de l'appareil (voir Fig. 24)

Numéro du fusible	Туре	Circuit électrique protégé
F13	T 0,032 A	Analogique
F14	T 3,15 A	Filament boudiné
F1 interne	TR5-T100 mA	Ligne de mesure four à tube graphite Zeeman
F1 interne MagPS	FF 4 A/H	Alimentation en courant magnétique

Le fusible F1 interne pour la ligne de mesure du four Zeeman est bien accessible sur le dessous du four à l'arrière.

Lorsque le fusible F1 interne MagPS est fondu, le logiciel ASpect LS indique qu'il y a une erreur avec le contrôle magnétique. Le logiciel nomme les fusibles à vérifier.

### 5.2.2 Nettoyage des compartiments d'échantillons

- 1. Nettoyer régulièrement les compartiments à échantillons à l'aide d'un chiffon non pelucheux, imprégné d'alcool.
- 2. Si le bac du compartiment à échantillons contient des résidus liquides, par ex. en provenance du tuyau d'évacuation du siphon, retirer le bac par le devant, vider et nettoyer à l'aide d'un chiffon sec.
- Si des pertes d'énergie sont observées, contrôler la fenêtre d'entrée et de sortie du rayonnement : nettoyer la fenêtre sans laisser de stries avec un chiffon non pelucheux imprégné d'alcool (chiffon optique).

## 5.3 Four à tube graphite

#### 5.3.1 Maintenance du four à tube graphite

Après une certaine durée d'exploitation, il se forme des dépôts d'échantillons, des modifications et des particules de carbone sublimées du tube graphite sur les surfaces de contact des électrodes en graphite, la paroi du four, le capteur de rayonnement (nécessaire pour le rayonnement du passage libre du tube graphite à travers la paroi du four et l'électrode inférieure vers le capteur) et l'insert de pipetage. Ces dépôts peuvent causer des problèmes de contamination et entraîner des écarts importants sur le facteur de formatage. Les pièces du four endommagées (paroi du four, tube graphite, électrodes) peuvent être la cause de mauvais résultats d'analyse.



## ATTENTION

Risque de brûlure avec le four chaud ! Laisser refroidir le four à tube graphite avant les travaux d'entretien et de maintenance.

Nettoyage des fenêtres du four



#### NOTE

Ne pas toucher les parties en quartz des fenêtres du four avec les doigts. Les traces de doigts se matérialisent dans le système.

Ne pas nettoyer les fenêtres du four dans un bain à ultrasons. Ceci pourrait réduire la perméabilité des fenêtres aux rayons UV.

Risque de fragilisation des joints d'étanchéité. Lors du nettoyage des fenêtres du four avec un chiffon imbibé d'alcool, s'assurer que les joints d'étanchéité n'entrent pas en contact avec l'alcool !

- 1. Laisser refroidir le four.
- 2. Ouvrir le four et retirer les deux fenêtres du four de leur guidage. (La fenêtre gauche du four peut aussi être retirée avec le four fermé.)
- 3. Nettoyer la fenêtre du four à l'aide d'un chiffon non pelucheux, imprégné d'alcool. Dans le cas de salissures difficiles à éliminer, utiliser un surfactant doux.

Solution de nettoyage : utiliser un mélange d'eau déminéralisée et une solution de nettoyage à 1 Vol%.

4. Glisser la fenêtre du four de nouveau sur son guidage, protéger les bagues d'étanchéité.

Nettoyage des surfaces en graphite Nettoyer les surfaces en graphite après l'utilisation quotidienne.

- 1. Mettre en marche la ZEEnit 700 P, lancer le logiciel ASpect LS et ouvrir le four à l'aide du logiciel (la partie mobile du four doit être sous pression pour l'ouverture/la fermeture) :

  - Ouvrir le four à l'aide du bouton [OPEN FURNACE].
- 2. Si le distributeur d'échantillons n'est pas installé, retirer la tige de la poignée moletée et ouvrir manuellement la mâchoire du four jusqu'en butée.
- 3. Retirer l'insert de la pipette de l'enveloppe du four et le nettoyer dans 0,1 1 N HNO<sub>3</sub>. Ensuite, rincer à l'eau légèrement acide ou déminéralisée.
- 4. Nettoyer les surfaces de contact des électrodes avec un coton-tige, un chiffon non pelucheux imprégné d'alcool ou un papier buvard.
- 5. Nettoyer les surfaces internes du revêtement du four à l'aide d'un coton-tige.

#### 5.3.2 Séparation du four à tube graphite puis assemblage

phite.

Pour remplacer les électrodes et la paroi du four, le four à tube graphite doit être retiré du compartiment d'échantillons et les parties du four doivent être séparées des aimants.

1. Dévisser la vis de blocage (vis à croisillon, 7 dans Fig. 46) pour le four à tube gra-

Etapes du travail pour la séparation

- 1 Alimentation en gaz inerte gaz de rinçage (courant de gaz intérieur)
- 2 Alimentation en réfrigérant
- 3 Ouverture de pipetage
- 4 Alimentation en réfrigérant
- 5 Alimentation en gaz inerte gaz de protection (courant de gaz externe)
- 6 Butée pour l'AS-GF
- 7 Vis de blocage four à tube graphite
- 8 Vis de blocage chariot du four

Fig. 46 Vis de blocage four à tube graphite



#### NOTE

Risque de collision ! Le four ne doit pas être ouvert pour l'étape de travail suivante !

- 2. Retirer le four à tube graphite du compartiment d'échantillons jusqu'à la butée.
- 3. Tirer la fenêtre gauche du four (2, Fig. 48) vers le haut et retirer le tuyau de gaz (1, Fig. 48) du manchon en dessous de la fenêtre du four.



Fig. 47 Four sorti, côté droit

4. Retirer les deux tuyaux à droite du four.

#### 5. Retirer l'insert de pipetage (3, Fig. 48) de la partie mobile du four.



1 Tuyau d'argon

2 Fenêtre gauche du four

Tuyaux à droite

- 3 Bouchon (ici : insert de pipetage)
- 4 Partie pivotante du four

Fig. 48 Four sorti

- 6. Ouvrir le four à tube graphite via ASpect LS avec le bouton [OPEN FURNACE] (la fenêtre FURNACE).
- 7. Retirer le tube graphite.

- 1 Tube graphite
- 2 Plaque d'étanchéité pour la fenêtre gauche du four
- 3 Vis à croisillon chariot du four



Fig. 49 Four sorti, ouvert, côté gauche

- 8. Dévisser la plaque d'étanchéité (2, Fig. 49) pour la fenêtre gauche du four (4 vis à fente en titane).
- 9. Dévisser la vis à croisillon (3, Fig. 49) à gauche du chariot du four.
- 10. Faire sortir le chariot du four avec précaution à la main vers la droite hors de l'aimant fixe.



Paroi du four

Fig. 50 Chariot du four sorti

Le four est désormais prêt pour les travaux de maintenance, la paroi du four et les électrodes sont facilement accessibles. A la fin de la maintenance, amener de nouveau le four sur la position d'origine.

Etapes du travail pour le positionnement du four en position de travail

- 1. Repousser le chariot du four à la main entre les pièces polaires (2, Fig. 51) de l'aimant Zeeman.
- 2. Visser à la main le chariot du four avec la vis à croisillon (3, Fig. 49).



- 1 Pièce polaire
- 2 Recouvrement et insert de pipetage
- 3 Ouverture du four sans fenêtre
- 4 Manchon d'entrée du gaz

- Fig. 51 Four partiellement retiré hors de l'aimant Zeeman
- 3. Visser la plaque d'étanchéité pour la fenêtre gauche du four.
- 4. Brancher le tuyau de gaz sur le manchon (4, Fig. 51) en dessous de la fenêtre du four (fermeture rapide).
- 5. Brancher les tuyaux de gaz sur le côté droit du four (Fig. 47).
- 6. Insérer la fenêtre de gauche du four dans le guidage sur le four.
- 7. Pousser le four à tube graphite jusqu'à la butée et le bloquer.

#### 5.3.3 Démontage et nettoyage du groupe du capteur de température

Avant le changement de l'électrode, le capteur de température doit être démonté. Le capteur pour le nouvel étalonnage de température est monté par le dessous dans la partie inférieure du four. Le capteur de température reçoit le rayonnement à travers les orifices dans la paroi du four et dans l'électrode inférieure directement depuis le tube graphite.

- 1. Dévisser les deux vis moletées (1, Fig. 52) sur le dessous du four.
- 2. Retirer le groupe du capteur (2, Fig. 52) hors de la fixation. Veiller à ne pas perdre la bague d'étanchéité sur le capteur.
- 3. Nettoyer l'avant du capteur de rayonnement avec un chiffon non pelucheux, imbibé d'alcool.

- 1 Vis moletées
- 2 Groupe du capteur



Fig. 52 Vue du dessous sur le four

Si nécessaire, remplacer maintenant l'électrode inférieure et la paroi du four, puis remonter dans le sens inverse le groupe du capteur. Veiller à insérer la bague d'étanchéité. Serrer les vis moletées uniquement à la main.

## 5.3.4 Remplacement de l'électrode supérieure

Les électrodes doivent toujours être changées par paire, soit si nécessaire soit en cas d'erreur de formatage > 10 après le nettoyage des électrodes et le changement du tube graphite. L'outil du four n'est pas contenu dans les éléments fournis et peut être commandé en option. Le remplacement des électrodes peut aussi être effectué par le service.



Fig. 53 Outillage du four

- 1 Miroir à main
- 2 Pincette
- 3 Tournevis
- 4 Clé à cliquet pour douille six pans
- 5 Bit six pans et prolongateur
- 6 Outil d'éjection pour les électrodes et la paroi du four
- 7 Outil d'ajustage du tube graphite
- 8 Plaque d'appui pour l'électrode inférieure avec broche courte, écrou à bride et écrou à tige
- 9 Plaque d'appui pour la paroi du four avec broche longue
- 10 Plaque d'appui pour l'électrode supérieure
- 1. Faire sortie l'électrode supérieure avec l'outil d'éjection :

visser le dispositif d'éjection (6, Fig. 53) jusqu'à la butée dans la mâchoire du four, continuer à visser avec la clé à cliquet (4, Fig. 53) l'outil d'éjection jusqu'à ce que l'électrode sorte du support d'électrodes. Dévisser le dispositif d'éjection de la mâchoire.



Electrode

- Ecrou à bride
- 3 Broche
  - Clé à cliquet

- Fig. 54 Electrode partiellement sortie
- 2. Visser l'écrou à bride (3, Fig. 55) des outils d'insertion jusqu'à la butée dans la mâchoire du four.



#### NOTE

Risque de destruction de l'électrode. Lors du montage et de l'insertion de l'électrode, respecter le parallélisme de l'électrode par rapport à la mâchoire. Si l'électrode n'a pas été mise en place correctement, la retirer et répéter l'opération.

3. Introduire la broche plus courte dans la plaque d'appui "Electrode supérieure". Guider une nouvelle électrode au-dessus de la broche. Introduire la plaque d'appui "Electrode supérieure" avec la broche et l'électrode dans la mâchoire du four, glisser la plaque d'appui au-dessus de la mâchoire et positionner l'électrode. Visser l'écrou à broche avec une rondelle plate à la main jusqu'à la butée sur l'extrémité de la broche libre. Tirer l'électrode au moyen de l'écrou à broche et de la clé à cliquer jusqu'à la butée fixe côté avant dans la mâchoire du four.



Fig. 55 Electrode avec outil s'insertion contre la mâchoire

1 Plaque d'appui

3 Ecrou à bride

Electrode

2

- 4 Ecrou à broche
- 4. Dévisser l'écrou à broche, retenir la plaque d'appui à la main et la retirer. Dévisser l'écrou à bride.
- 5. Aspirer la poussière graphite ou l'éjecter.

#### 5.3.5 Remplacement de la paroi du four et de l'électrode inférieure

La paroi du four à tube graphite et l'électrode inférieure doivent être remplacées :

- En cas d'endommagement
- Lorsque les contaminations ne peuvent pas être éliminées par nettoyage
- Si après le nettoyage de l'électrode et du remplacement du tube graphite, le facteur de formatage reste >10.

Remplacer les électrodes toujours par paire !

1. Séparer le four à tube graphite de l'aimant Zeeman ( $\rightarrow$  Section "Séparation du four à tube graphite puis assemblage" p. 81).

- 2. Démonter le groupe du capteur de température ( $\rightarrow$  Section "Démontage et nettoyage du groupe du capteur de température" p. 84)
- 3. Visser le dispositif d'éjection (6, Fig. 53) à la place du capteur de température démonté jusqu'à la butée.



- 1 Paroi du four, butée cylindrique partiellement visible
- 2 Dispositif d'éjection
- 3 Groupe du capteur démonté, accroché sur le câble

Fig. 56 Paroi du four, éjectée partiellement

- 4. Tourner la broche du dispositif d'éjection avec la clé à cliquet. Guider la paroi du four avec une main lors de son retrait. Retirer la paroi du four à tube graphite et l'électrode inférieure.
- 5. Dévisser le dispositif d'éjection hors du four, visser au même endroit l'écrou à bride les outils d'insertion jusqu'à la butée.
- 6. Introduire la broche plus courte dans la plaque d'appui "Electrode inférieure".
- Placer une nouvelle électrode inférieure sur la broche. Introduire la plaque d'appui "Electrode inférieure" avec la broche et l'électrode dans le chariot du four, glisser la plaque d'appui au-dessus du chariot du four et positionner l'électrode par rapport à l'ouverture.
- 8. Visser l'écrou à broche avec une rondelle plate à la main jusqu'à la butée sur l'extrémité de la broche libre.



1 Plaque d'appui

- 2 La plaque d'appui se trouve sur le dessus du four
- 3 La paroi du four est centrée avec l'embase cylindrique au-dessus de l'ouverture du cylindre dans la partie inférieure du four
- Broche

Fig. 57 Paroi du four, prête à être insérée



#### NOTE

Risque de destruction de l'électrode. Lors du montage et de l'insertion de l'électrode, respecter le parallélisme de l'électrode par rapport au bloc. Si l'électrode n'a pas été mise en place correctement, la retirer et répéter l'opération.

- Tirer l'électrode au moyen de l'écrou à broche et de la clé à cliquer jusqu'à la butée fixe côté avant dans le chariot du four.
- 10. Dévisser l'écrou à broche et le retirer. Retirer la plaque d'appui "Electrode inférieure" et la broche. Aspirer la poussière graphite ou l'éjecter.
- 11. Laisser l'écrou à bride des outils d'insertion dans la paroi du four.
- 12. Introduire la broche longue dans la plaque d'appui "Paroi du four.
- 13. Poser la nouvelle paroi du four sur l'ouverture du chariot du four. Guider la plaque d'appui "Paroi du four" avec la broche au-dessus de la paroi et de la partie inférieure du four de sorte que le parallélépipède dans l'ouverture dépasse sur le dessus de la paroi du four et que les surfaces d'appui latérales de la plaque d'appui soient contre le dessus de la paroi.
- 14. Visser l'écrou à broche avec une rondelle plate à la main jusqu'à la butée sur l'extrémité de la broche libre.



#### NOTE

Risque de destruction pour la paroi du four, si le couple augmente brusquement lors de l'insertion.

Veiller en permanence au parallélisme entre la paroi et la partie inférieure du four. Si la paroi n'a pas été mise en place correctement, la retirer et répéter l'opération.

- 15. Visser l'écrou à broche avec la clé à cliquet et insérer la paroi du four jusqu'à la butée.
- 16. Desserrer l'écrou à broche et le retirer. Retirer la plaque d'appui et la broche. Aspirer la poussière graphite ou l'éjecter. Dévisser l'écrou à bride.
- 17. Monter le capteur de rayonnement nettoyé. Visser à la main les deux vis moletées.
- 18. Insérer un tube graphite avec la pincette.
- **19.** Fermer le four à tube graphite via ASpect LS avec le bouton préférentiel [FERMER LE FOUR].
- 20. Amener de nouveau le four à tube graphite selon la section "Séparation du four à tube graphite puis assemblage" p. 81 dans la position d'origine

#### 5.3.6 Nettoyage et remplacement du tube graphite

Nettoyage du tube gra-	1 fois par jour
phite standard	Etapes du travail, voir le chapitre "Nettoyage / évaporation du tube graphite" p. 61.
Nettoyer le tube graphite	1 fois par jour
revêtu d'iridium	Etapes du travail, voir le chapitre "Nettoyage / évaporation du tube graphite" p. 61.
Evaporer la couche	Après env. 500 atomisations ou pour refaire le revêtement.
d'iridium	Etapes du travail, voir le chapitre "Nettoyage / évaporation du tube graphite" p. 61.
Remplacer le tube	Le tube graphite présente de nets signes de combustion, et la couche de pyrolyse est
graphite	usée.
	Avec un facteur de formatage $> +10$ %, il n'y aura plus de correction automatique de la température, et le tube graphite ne peut pas être utilisé à 100 %. Il doit donc être remplacé ou la température doit être adaptée manuellement dans le programme du four.
	Etapes du travail, voir le chapitre "Mise en place du tube graphite dans le four" p. 57.

## 5.4 Système brûleur-nébuliseur

Le système brûleur/nébuliseur doit être nettoyé à intervalles réguliers, qui sont identifiés de la manière suivante :

- Modifications du bord de la flamme du brûleur. Malgré un lavage à l'acide diluée dans le programme activé suivi d'un arrêt du brûleur, on n'obtient aucune amélioration.
- La sensibilité définie dans le livre de recettes pour un élément individuel n'est pas atteinte malgré une modification de la composition du gaz.
- Les encrassements formés dans la fente du brûleur, apparaissant lors de l'analyse de solutions fortement salées, ne sont plus éliminés à l'aide du tube de nettoyage.



#### ATTENTION

Risque de brûlure ! Laisser refroidir le brûleur avant les travaux d'entretien et de maintenance.

Réaliser les travaux de maintenance suivants sur le système brûleur/nébuliseur:

- 1. Démonter le système brûleur/nébuliseur.
- 2. Nettoyer le brûleur.
- 3. Nettoyer le nébuliseur.
- 4. Nettoyer le siphon.
- 5. Nettoyer la chambre de mélange.
- 6. Remonter le système brûleur/nébuliseur.
- 7. Optimiser la sensibilité du système brûleur/nébuliseur.

#### 5.4.1 Démontage du système brûleur/nébuliseur



Fig. 58 Démontage du système de brûleur/nébuliseur

- 1 Goujon fileté pour la fixation du brûleur
- 2 Tube de la chambre de mélange
- 3 Vis pour raccorder les pièces de la chambre de mélange
- 4 Prises de raccordement pour dispositif Scraper, capteur de siphon et SFS 6
- 5 Bague d'arrêt du nébuliseur
- 6 Siphon
  - 7 Tuyau d'évacuation du siphon
- 8 Raccords de gaz
- 9 Bouchon de sécurité
- 10 Vis de fixation pour l'étrier de retenue



Fig. 59 Chambre de mélange et nébuliseur démontés pour nettoyage

- 1 Bouchon de sécurité
- 2 Tube de la chambre de mélange
- 3 Rotor
- 4 Tête de la chambre de mélange avec raccords pour les gaz, le nébuliseur et le siphon
- 5 Raccord pour gaz combustible et agent oxydant supplémentaire
- 6 Bague d'arrêt du nébuliseur
- 7 Sphère de rebondissement
- 8 Nébuliseur avec raccord pour agent d'oxydation et raccord pour tuyau de prélèvement
- 9 Vis de fixation du siphon
- 10 Siphon
- 11 Détecteur de siphon



Fig. 60 Retrait du nébuliseur hors de la chambre de mélange

Etapes du travail

- 1. Desserrer le goujon fileté (1, Fig. 58 p. 91) du brûleur et retirer le brûleur du col du brûleur.
- 2. Dévisser les raccords vissés sur la tête de la chambre de mélange et le nébuliseur (8, Fig. 58) et retirer le tuyau des manchons du nébuliseur.
- Tourner la bague d'arrêt du nébuliseur (5, Fig. 58) de sorte que le verrouillage s'ouvre Retirer le nébuliseur de la tête de la chambre de mélange, saisir alors le nébuliseur dans la rainure (Fig. 60).

Note : le manchon pour le raccord de gaz peut se casser lorsque l'on tire dessus.

- 4. Dévisser le raccord du détecteur de siphon (4, Fig. 58) placé sur le bras pivotant et le retirer.
- 5. Retirer le tuyau d'évacuation du raccord de vidange du siphon (7, Fig. 58).
- 6. Desserrer la vis moletée du siphon (9, Fig. 59 p. 92), et retirer le siphon par le bas.
- Vider le siphon.
   Attention ! La solution contenue dans le siphon est particulièrement acide.
- 8. Dévisser l'insert du détecteur du siphon, retirer le détecteur hors du siphon (11, Fig. 59).
- 9. Serrer le système, débloquer la vis moletée placée sur l'étrier de retenue du tube de la chambre de mélange (10, Fig. 58), pivoter l'étrier de retenue vers l'arrière et retirer le système.
- 10. Dévisser le bouchon de sûreté (1, Fig. 59) hors de la chambre de mélange.
- 11. Dévisser les quatre raccords vissés de la chambre de mélange (3, Fig. 58) et démonter la chambre de mélange dans la tête de la chambre et le tube de la chambre.
- 12. Retirer le rotor (3, Fig. 59) hors du tube de la chambre.
- 13. Dévisser les raccords de gaz pour le gaz combustible et l'agent d'oxydation supplémentaire.

#### 5.4.2 Nettoyage du brûleur

- 1. Nettoyer le brûleur à l'eau courante.
- 1. Nettoyer le brûleur avec les mâchoires orientées vers le bas, dans un bain d'ultrasons pendant 5 - 10 min à l'aide d'une solution à 0,1 N HNO<sub>3</sub>. En l'absence d'un bain à ultrasons : placer le brûleur pendant la nuit dans du HNO<sub>3</sub> dilué.

**Remarque :** ne pas utiliser d'acide chlorhydrique ou fluorhydrique ! Ces acides attaquent la surface du brûleur.

2. Rincer le brûleur à l'eau distillée puis le laisser sécher.

Etapes du travail en cas de fort encrassement

- 1. Débloquer les raccords vissés (2, Fig. 61) des mâchoires du brûleur au niveau du corps du brûleur et retirer les mâchoires du brûleur.
- Eliminer les traces d'encrassement à l'aide d'un produit nettoyant pour brûleur (cales en bois).
- 3. Nettoyer les mâchoires du brûleur dans une solution de 0,1 N HNO<sub>3</sub> puis rincer à l'eau distillée.
- 4. Dévisser les mâchoires du brûleur sur le corps du brûleur. Des goujons (3, Fig. 61) placés sur les mâchoires du brûleur assurent la bonne assise du système.



Fig. 61 Raccords vissés du brûleur

- 1 Raccords vissés des mâchoires du brûleur, placés l'un contre l'autre (Ne pas défaire les vis)
- 2 Raccords vissés des mâchoires du brûleur avec le corps du brûleur
- 3 Goujons sur le dessous des mâchoires du brûleur

#### 5.4.3 Nettoyage du nébuliseur

Etapes du travail

- 1. Déposer le nébuliseur pendant plusieurs minutes dans un bain à ultrasons avec de l'acide nitrique à env. 1 % ou du solvant organique (isopropanol).
- 2. Tourner légèrement la sphère de rebondissement (8, Fig. 59 p. 92) et retirer du nébuliseur. Si la sphère de rebondissement est bloquée, déposer à nouveau le nébuliseur pendant plusieurs minutes dans le bain à ultrasons.
- 3. Glisser le fil de nettoyage dans la canule du nébuliseur et nettoyer la canule en effectuant des mouvements de va-et-vient.
- 4. Enficher la sphère de rebondissement sur le nébuliseur et la bloquer en le tournant légèrement.

#### 5.4.4 Nettoyage de la chambre de mélange

Etapes du travail

Chambre de mélange - tube et tête de la chambre :

- 1. Nettoyer à l'acide nitrique, à l'acide minéral dilué ou, suivant les substances analysées, avec des solvants correspondants.
- 2. Si la chambre de mélange est nettoyée avec un acide minéral dilué, laver ensuite soigneusement à l'eau distillée.

#### 5.4.5 Nettoyage du siphon

Etapes du travail

- Nettoyer à l'acide nitrique, à l'acide minéral dilué ou, suivant les substances analysées, avec des solvants correspondants. Nettoyer les canaux à l'aide d'une brosse ronde.
  - 2. Si le siphon est nettoyé avec un acide minéral dilué, laver ensuite soigneusement à l'eau distillée.
  - 3. Laver le récipient du flotteur.

#### 5.4.6 Assemblage du système brûleur/nébuliseur



#### AVERTISSEMENT

Risque d'explosion en cas de raccords de gaz non étanches !

Veiller à raccorder correctement les tuyaux d'alimentation. Placer les bagues d'étanchéité et contrôler l'étanchéité. Serrer tous les raccords vissés uniquement à la main.



#### ATTENTION

Ne jamais utiliser la flamme d'acétylène/protoxyde d'azote pour l'ajustage fine du nébuliseur ! Des changements soudains de débit de gaz peuvent provoquer un retour de flamme dans la chambre de mélange.

- Etapes du travail de l'assemblage
- Contrôler les bagues d'étanchéité de la tête de la chambre, des raccords et du nébuliseur, remplacer les bagues d'étanchéité usées, monter les bagues d'étanchéité et contrôler l'assise.
- 2. Maintenir le rotor sur la poignée et l'insérer dans le tube de la chambre de mélange. Bloquer avec une légère pression.
- 3. Assembler les pièces de la chambre de mélange (chambre et tête de mélange), aligner les parties les unes par rapport aux autres et visser (3, Fig. 58 p. 91).
- Visser le capteur du siphon (11, Fig. 59 p. 92) dans le siphon. Placer le siphon sur la tête de chambre, aligner les côtés les uns par rapport aux autres, fixer avec la vis moletée (9, Fig. 59).
- 5. Placer le bouchon de sécurité (1, Fig. 59) sur le tube de la chambre.
- 6. Visser les raccords pour le gaz combustible et l'agent d'oxydation supplémentaire (5, 6, Fig. 59) dans la tête de la chambre de mélange avec les bagues d'étanchéité.
- 7. Enficher le nébuliseur (8, Fig. 59) dans la tête de la chambre et fixer avec la bague d'arrêt.

**Note :** Si le nébuliseur est difficile à enficher dans la tête de la chambre, graisser les bagues d'étanchéité légèrement avec la graisse fournie (graisse Apiezon).

- Fixer le système chambre de mélange nébuliseur sur le dispositif de réglage en hauteur avec l'étrier de maintien (10, Fig. 58). Le marquage doit se situer audessus du bord du dispositif de maintien. Visser fermement la vis moletée sur l'étrier de retenue.
- 9. Insérer le câble du détecteur sur siphon dans le raccord (4, Fig. 58) (attention au nez) et serrer.
- 10. Poser le brûleur sur le tube de la chambre de mélange et tourner contre la butée 0°. Serrer avec le goujon fileté.
- 11. Visser le tuyau pour le gaz combustible (rouge) sur le manchon.
- 12. Visser le tuyau d'agent d'oxydation supplémentaire (noir) sur le manchon.
- 13. Raccorder le tuyau d'agent d'oxydation (bleu) sur le manchon du nébuliseur.

Etapes du travail Contrôle de la sensibilité / Réglage

- 1. Dans le logiciel ASpect LS, appeler à l'écran la fenêtre FLAME CONTROL avec le bouton .
- 2. Régler le rapport oxydant/gaz combustible.

Attention ! Ne jamais utiliser la flamme d'acétylène/protoxyde d'azote pour l'ajustage fine du nébuliseur ! Des changements soudains de débit de gaz peuvent provoquer un retour de flamme dans la chambre de mélange.

- Régler la hauteur de la tête du brûleur et le parallélisme par rapport à l'axe optique.
- 4. Allumer la flamme avec le bouton [IGNITE FLAME].
- 5. Ouvrir l'onglet MANUAL OPTIMIZATION.
- 6. Faire aspirer une solution test, par ex. Cu / 2 mg/L par le nébuliseur et démarrer l'affichage continuel de la valeur mesurée. Evaluer le signal.
- Si la sensibilité n'est pas atteinte, faire le réglage du nébuliseur : desserrer le contre-écrou (3, Fig. 62). Effectuer le réglage en profondeur de la canule à l'aide de l'écrou de réglage (4, Fig. 62).
- 8. A la fin du réglage, bloquer le réglage avec le contre-écrou (3, Fig. 62).



- 1 Sphère de rebondissement
- 2 Raccord de l'agent d'oxydation
- 3 Contre-écrou
- 4 Ecrou de réglage pour la canule
- 5 Canule intérieure

Fig. 62 Pièces du nébuliseur

#### 5.4.7 Nettoyage du capteur du brûleur

Le capteur surveille s'il le brûleur est monté correctement avant d'allumer la flamme. Nettoyez le capteur du brûleur

- lorsqu'il y a des dépôts sur les ouvertures du capteur (par exemple des encrassements de sel) ou
- lorsque le brûleur installé n'est plus reconnu par le logiciel
- 1. Démontez le système brûleur/nébuliseur par dévissant la vis moletée sur l'étrier de retenue (10, Fig. 58 p. 91).
- 2. Nettoyez le capteur doucement à l'aide d'une petite brosse, par exemple une brosse à dents, avec de l'alcool, par exemple de l'isopropanol.
- 3. Laissez sécher les ouvertures du capteur.
- 4. Remontez le système brûleur/nébuliseur sur l´étrier de retenue.



Fig. 63 Capteur du brûleur

## 5.5 Distributeur d'échantillons AS-GF

Effectuer les travaux de maintenance suivants sur l'AS-GF :

- Éliminer quotidiennement les impuretés du panier à échantillons et du boîtier à l'aide d'un chiffon sec.
- Rincer, entretenir, remplacer le tuyau de dosage.
- Procéder au nettoyage en cas de débordement du récipient de rinçage ou du récipient de mélange.

### 5.5.1 Rinçage du tuyau de dosage

Rincer le tuyau de dosage avant et après le travail. Une solution de rinçage est prélevée du flacon de réserve, pompée via la seringue de dosage dans le tuyau de dosage puis déposée dans le récipient de rinçage.

- 1. Mettre le ZEEnit 700 P sous tension et démarrer le logiciel ASpect LS.
- 2. Dans ASpect LS, ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec 🖷.
- 3. Démarrer le rinçage à l'aide du bouton [WASH].

**Note :** si le tuyau de dosage n'est pas correctement immergé dans le récipient de rinçage lors du rinçage, le passeur d'échantillon doit être à nouveau orienté en position de rinçage.

4. Dans la fenêtre FUNCTION TESTS, activer le bouton [ADJUST SAMPLER].

Dans la partie ALIGNMENT POSITION, activer l'option WASH POSITION. Dans la partie ALIGNMENT WASH POSITION, saisir la profondeur d'immersion (env. 40 mm) dans le champ de liste. Corriger l'orientation du bras pivotant à l'aide des touches fléchées. Enregistrer les réglages et fermer la fenêtre.

**Note :** en cas de nouvel appel de la fenêtre [ADJUST SAMPLER], la valeur de 13 MM s'affiche sous DEPTH, pas la valeur enregistrée.

5. Le cas échéant, répéter plusieurs fois le rinçage.

Le mode de réalisation du rinçage peut être défini dans la méthode pour être exécuté automatiquement avant et après la mesure.

Si une méthode est active, le nombre de cycles de rinçage défini dans la méthode est traité en actionnant le bouton [WASH] dans la fenêtre AUTOSAMPLER.

🐱 Autosampler		– 🗆 X
Parameters Techn. parameters Function	tests Positions	
Tracker/Rotator ○ Cup no ⓐ Wash position ○ Tube position ○ Tube position Pipetter Speed: 3 ↓ Volume [µL]: 0 ↓ Take up Dispense ○ Valve to bottle Reset	Dipping arm Depth [mm]: 0 • • Test programs • Test program 1 • Test program 2 • Test program 3 • Start	Error test Version: 14.599 Tracker/Rotator Tray ident. Pipetter (drive) Pipetter (volume) Test Adjust sampler
Wash Initialize		OK Cancel

Fig. 64 Fenêtre Autosampler/Function tests dans ASpect LS

#### 5.5.2 Maintenance du tuyau de dosage

Un tuyau de dosage endommagé, plié ou comprenant des dépôts peut causer des résultats de mesure erronés.

Les travaux de maintenance sont :

- Nettoyer le tuyau de dosage
- Raccourcir le tuyau de dosage
- Remplacer le tuyau de dosage



- 1 Support de tuyau
- 2 Tuyau de dosage
- 3 Support de tuyau
- 4 Fermeture à vis sur le doseur
- 5 Guide de tuyau avec vis d'arrêt
- 6 Écrou de serrage sur le guide de tuyau

Fig. 65 Tuyau de dosage sur l'AS-GF

Nettoyage du tuyau de

lorsque : dosage la limite de phase entre l'échantillon, la solution de rinçage et la bulle d'air inter-médiaire devient diffuse ou la bulle d'air est segmentée. l'échantillon contaminé est transmis (l'intérieur du tuyau est contaminé). Comme solution de nettoyage, il est recommandé d'utiliser une solution d'hypochlorite de sodium (NaOCI) à 8 - 13 %. En cas de besoin, répéter plusieurs fois le processus de nettoyage décrit ci-après. 1. Verser de la solution d'hypochlorite de sodium dans un récipient spécial de 5 mL et le placer dans la position 101 du panier à échantillons. 2. Mettre le ZEEnit 700 P sous tension et démarrer le logiciel ASpect LS. 3. Dans ASpect LS, ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec 🔤. Basculer sur l'onglet FUNCTION TESTS (Fig. 64 p. 98). 4. Dans la partie TRACKER/ROTATOR, saisir la valeur « 101 » dans le champ de liste et activer l'option CUP NO. Le bras de prélèvement se déplace à la position « 101 ». 5. Dans la partie DIPPING ARM, abaisser le bras de prélèvement dans le récipient spécial (env. 50 mm) dans le champ de liste DEPTH à l'aide des touches fléchées. **Note :** le passeur d'échantillon s'abaisse uniquement par actionnement des touches fléchées. C'est pourquoi, après avoir saisi directement la valeur dans le champ de liste, actionner à nouveau les touches fléchées ! 6. Dans la partie PIPETTER, définir le volume à prélever dans le champ de liste VOLUME [µL] à l'aide des touches fléchées (env. 100 - 200 µL). Le volume peut être défini par pas de 50 µL. 7. Actionner le bouton [TAKE UP]. Le passeur d'échantillon remplit le tuyau de dosage avec de la solution de nettoyage. 8. Laisser agir la solution de nettoyage pendant env. 20 min. 9. Dans la partie TRACKER/ROTATOR, activer l'option WASH POSITION. 10. Le bras de prélèvement se déplace vers le récipient de rinçage. 11. Dans la partie DIPPING ARM, abaisser le bras de prélèvement dans le récipient de rinçage (env. 40 mm) dans le champ de liste DEPTH à l'aide des touches fléchées. En cas de saisie directe de la valeur dans le champ de liste, actionner à nouveau les touches fléchées. 12. À l'aide du bouton [DISPENSE], vider le tuyau de dosage dans le récipient de rinçage. 13. Démarrer 5 cycles de rinçage. (Actionner 5 x le bouton [WASH]). Raccourcissement du 1. Desserrer l'écrou de serrage sur le guide de tuyau (6, Fig. 65) et retirer par le haut le tuyau de dosage. tuyau de dosage 2. Découper en biais le tuyau de dosage à l'aide d'une lame de rasoir ou d'un scalpel en respectant un angle de 10° à 15°. 3. Glisser le tuyau de dosage dans le guide jusqu'à ce qu'il dépasse d'env. 8 mm vers le bas.

Le nettoyage du tuyau de dosage est requis en fonction du matériel d'échantillonnage,

4. Bloquer le tuyau de dosage avec l'écrou de serrage.

 Réajuster la profondeur d'injection de l'échantillon (→ Section « Ajustage de l'AS-GF », p. 64).

Remplacement du tuyau de dosage de l'AS-GF

- 1. Desserrer l'écrou de serrage sur le guide de tuyau (6, Fig. 65) et retirer le tuyau. Retirer le tuyau des supports de tuyau sur le bras de prélèvement et à l'arrière du passeur d'échantillon (1 et 3, Fig. 65).
- 2. Desserrer la fermeture à vis sur la vanne en T du doseur (4, Fig. 65).
- 3. Visser à fond le nouveau tuyau de dosage sur la vanne et le guider via les supports de tuyau.
- 4. Glisser le tuyau de dosage dans le guide jusqu'à ce qu'il dépasse de 8 mm vers le bas, puis le bloquer avec l'écrou de serrage.
- 5. Réajuster la profondeur d'injection de l'échantillon (→ Section « Ajustage de la AS-GF », p. 64).

#### 5.5.3 Remplacement de la seringue de dosage

Les variantes suivantes s'appliquent aux passeurs d'échantillon AS-GF (tube en graphite) et AS-FD (flamme). Les doseurs se distinguent uniquement par les dimensions de la seringue de dosage (500 ou 5000  $\mu$ L).



- 1 Vanne en T
- 2 Seringue de dosage, composée d'un piston et d'un cylindre en verre
- 3 Vis de fixation
- 4 Bielle de commande

Fig. 66 Doseur sur l'AS-GF et l'AS-FD

- 1. Mettre le ZEEnit 700 P sous tension et démarrer le logiciel ASpect LS. Dans la fenêtre QUICKSTART, sélectionner la technique : GRAPHITE FURNACE (AS-GF) ou FLAME (AS-FD).
- 2. Ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec 🔤. Basculer sur l'onglet FUNCTION TESTS.
- 3. Dans la partie PIPETTER, définir le volume à prélever dans le champ de liste VOLUME  $[\mu L]$  à l'aide des touches fléchées (AS-GF : 500  $\mu$ L, AS-FD : 5000  $\mu$ L). Augmenter la vitesse à 6-7.
- 4. Actionner le bouton [TAKE UP].Le piston de la seringue de dosage se déplace vers le bas.
- 5. Dévisser la vis de fixation (3, Fig. 66).
- 6. Dévisser la seringue de dosage (2, Fig. 66) de la vanne et la retirer.
- 7. Visser une nouvelle seringue de dosage sur la vanne.

- 8. Tirer prudemment le piston vers le bas, jusqu'à ce que l'œillet à l'extrémité du piston coïncide avec le trou dans la bielle de commande.
- 9. Visser manuellement le piston sur la bielle de commande avec la vis de fixation.

**Note :** risque de dommages matériels en cas d'application d'une force trop élevée ! Ne pas trop serrer la vis.

10. Dans la fenêtre AUTOSAMPLER, cliquer sur le bouton [INITIALIZE]. Le piston du doseur se déplace pour revenir dans sa position initiale.

#### 5.5.4 Nettoyage après débordement de récipient

En cas de débordement du récipient de rinçage pendant l'analyse, interrompre immédiatement la séquence de travail et nettoyer l'appareil.

- 1. Stopper immédiatement la séquence.
- 2. Aspirer la solution avec de la cellulose ou à l'aide d'un chiffon. Essuyer la surface.
- Établir une évacuation indépendante, c'est-à-dire éliminer le coude dans le tuyau d'évacuation ou empêcher l'immersion du tuyau d'évacuation dans la solution du flacon de déchets.

## 5.6 Echantillonneur automatique AS-F, AS-FD

En cas de besoin, éliminer quotidiennement les impuretés du panier à échantillons et du boîtier à l'aide d'un chiffon sec. En outre, suivant les besoins :

- Rinçage des conduites d'échantillons
- Rincer le récipient de mélange
- Remplacer la (les) canule(s) sur le bras de prélèvement
- Remplacer le tuyau d'aspiration et le tuyau de dosage
- Remplacer la seringue de dosage (voir chapitre "Remplacement de la seringue de dosage" p. 100)
- Procéder au nettoyage en cas de débordement du récipient de rinçage ou du récipient de mélange

#### 5.6.1 Rinçage des conduites d'échantillons

- 1. Dans le logiciel ASpect LS, ouvrir la fenêtre FLAME avec 🔮 et allumer la flamme.
- 2. Ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec 🔤.
- 3. Dans l'onglet TECHN. PARAMETERS, régler la durée sur env. 60 s dans le champ de saisie WASH TIME WASH CUP.
- 4. Démarrer le rinçage à l'aide du bouton [WASH].

La canule du passeur d'échantillon est immergée dans le récipient de rinçage. La solution de rinçage est aspirée par le système.

### 5.6.2 Rinçage du récipient de mélange de l'AS-FD

Rincer le récipient de mélange avant et après le travail pour éviter tout collage ou encrassement. Le récipient de mélange est rincé automatiquement avant d'appliquer la première solution standard / le premier échantillon. D'autres rinçages peuvent être nécessaires pendant le fonctionnement.

Rinçage du récipient de mélange avant et après la mesure

- 1. Dans ASpect LS, ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec 4.
- 2. Dans l'onglet TECHN. PARAMETERS, saisir le volume de 25 mL dans le groupe WASH MIX CUP.
- 3. Démarrer le rinçage à l'aide du bouton [START].
- 4. Le cas échéant, répéter plusieurs fois le rinçage.

25 mL de solution de rinçage sont prélevés du flacon de réserve, déposés dans le récipient de mélange, puis pompés automatiquement.

Rinçage du système avant mise hors service prolongée Si le diluant (eau bidistillée ou eau bidistillée acidifiée) a été enrichi en sels, le doseur et la vanne doivent être rincés au méthanol ou à l'éthanol avant toute mise hors service prolongée. Sinon, le système peut s'encrasser, entraînant alors des obstructions.

- 1. Verser du méthanol ou de l'éthanol dans le flacon de réserve pour diluant.
- 2. Effectuer le rinçage comme décrit dans la section « Rinçage du système avant et après la mesure ». Répéter plusieurs fois le rinçage.

#### 5.6.3 Remplacement des canules avec guide sur l'AS-FD

Remplacement des ca- nules de l'AS-F	Remplacer les canules avec guide si une destruction mécanique ou des contaminations notables apparaissent (reconnaissables par des écarts-types élevés des mesures).		
	1. Retirer les tuyaux des canules.		
	2. Desserrer la vis de blocage sur le bras de prélèvement.		
	3. Retirer par le haut le guide de canule avec les canules.		
	<ol> <li>Introduire le guide avec les nouvelles canules dans le bras de prélèvement et le fixer avec la vis de blocage.</li> </ol>		
	Régler la hauteur des canules de manière à ce qu'elles se terminent 1-2 mm au- dessus du bloc avec les récipients de rinçage et de mélange.		
	5. Brancher le tuyau d'aspiration d'échantillon sur la canule plus mince. Brancher le tuyau de dosage pour diluant sur la canule plus épaisse.		
Remplacement de la canule de l'AS-F	Remplacer la canule de prélèvement d'échantillon (canule mince) si une destruction mécanique ou des contaminations notables des canules apparaissent (reconnaissables par des écarts-types élevés des mesures).		
	1. Retirer le tuyau d'aspiration d'échantillon de la canule.		
	2. Desserrer la vis de blocage sur le bras de prélèvement et retirer la canule.		
	3. Introduire la nouvelle canule et la fixer avec l'écrou de serrage.		
	Régler la hauteur de la canule de manière à ce qu'elle se termine 1-2 mm au- dessus du récipient de rinçage.		

4. Brancher le tuyau d'aspiration sur la nouvelle canule.

#### 5.6.4 Remplacement du tuyau d'aspiration

Le tuyau d'aspiration doit être remplacé s'il est contaminé.

- 1. Retirer le tuyau d'aspiration de la canule plus mince sur le bras de prélèvement, puis de la canule du nébuliseur.
- 2. Découper un nouveau tuyau d'une longueur appropriée et le brancher aux deux canules.

#### 5.6.5 Remplacement du jeu de tuyaux sur l'AS-FD

- 1. Retirer le tuyau de dosage pour diluant de la canule plus épaisse sur le bras de prélèvement et l'enfiler par le guide de tuyau (8, Fig. 40 p. 69).
- 2. Débrancher le tuyau pour solution de rinçage à l'arrière du passeur d'échantillon (5, Fig. 41 p. 71).
- 3. Retirer les tuyaux gainés de la patte de fixation à l'arrière du passeur d'échantillon.
- 4. Retirer le tuyau pour solution de rinçage du flacon de réserve.
- 5. Dévisser le tuyau de dosage de la vanne de commutation (3, Fig. 42 p. 71).
- 6. Visser le nouveau jeu de tuyaux avec tuyau de dosage (marquage « 1 ») sur la vanne de commutation et fixer les tuyaux gainés avec la patte de fixation à l'arrière du passeur d'échantillon.
- 7. Introduire le tuyau avec le marquage « 2 » dans le flacon de réserve pour solution de rinçage.
- 8. Visser à fond le tuyau pour solution de rinçage à l'arrière du passeur d'échantillon.
- 9. Glisser la deuxième extrémité du tuyau de dosage sur la canule plus épaisse du bras de prélèvement via le guide de tuyau.

#### 5.6.6 Nettoyage après débordement de récipient

En cas de débordement du récipient de rinçage ou du récipient de mélange (sur l'AS-FD) pendant l'analyse, interrompre immédiatement la séquence de travail et nettoyer l'appareil.

- 1. Stopper immédiatement la séquence de mesure.
- 2. Aspirer la solution avec de la cellulose ou à l'aide d'un chiffon. Essuyer la surface.
- Récipient de rinçage : Établir une évacuation indépendante, c'est-à-dire éliminer le coude dans le tuyau d'évacuation ou empêcher l'immersion du tuyau d'évacuation dans la solution du flacon de déchets.

Récipient de mélange (uniquement pour AS-FD) : Ouvrir la fenêtre AUTOSAMPLER avec 🔤. Basculer sur l'onglet FUNCTION TESTS.

Dans la partie PUMPS, activer la case MIX CUP PUMP pour démarrer la pompe.

La laisser fonctionner jusqu'au pompage de la solution.

Désactiver la case MIX CUP PUMP pour arrêter la pompe.

## 5.7 Groupe de refroidissement mobile KM 5

	Respecter les consignes de maintenance et d'entretien dans le mode d'emploi séparé "Dispositif de refroidissement KM 5".
Travaux de maintenance	<ol> <li>Contrôler chaque trimestre le niveau de remplissage et la propreté du liquide de refroidissement.</li> </ol>
	<ol> <li>En cas de bulles d'air dans le circuit de refroidissement (détectables aux bruits), contrôler le niveau d'eau.</li> </ol>
Vidage	3. Mettre à disposition un récipient collecteur de 5 litres.
	<ul> <li>Avec le ZEEnit 700 P éteint, maintenir le tuyau de retour du KM 5 (le raccord est caractérisé sur le KM 5 avec </li> <li>) dans le récipient collecteur.</li> </ul>
	5. Mettre le KM 5 sous tension.
	Le réfrigérant par circulation est vidé par pompage.
Remplissage et purge	6. Ouvrir le couvercle sur le KM 5 et retirer le bouchon de l'ouverture de remplissage.
	<ol> <li>Avec un entonnoir de remplissage, verser 5 L d'eau adoucie (jusqu'à 5 cm environ en dessous du couvercle).</li> </ol>
	8. Brancher le tuyau de retour dans le récipient du réfrigérant du KM 5.
	<ol> <li>Mettre le KM 5 sous tension. Faire fonctionner la pompe du refroidissement par circulation jusqu'à ce que l'eau qui revient ne contienne plus d'air. Le cas échéant, mettre le KM 5 plusieurs fois hors et sous tension.</li> </ol>
	10. Mettre le KM 5 hors tension. Brancher de nouveau le tuvau de retour sur le KM 5.

## 5.8 Compresseur

Respecter les consignes de maintenance et d'entretien figurant dans le mode d'emploi séparé du compresseur.

Récipient sous pression et collecteur de liquide sur le filtre détendeur :

Fermer l'ouverture de remplissage et le couvercle du KM 5.

Une fois par semaine, purger l'eau de condensation huileuse du récipient sous pression (réservoir) en ouvrant le robinet de vidange.

#### Attention ! Risque de projections !

Le réservoir est sous pression. Pour éviter les projections, placer le tuyau sur le robinet, ouvrir lentement le robinet et laisser s'écouler le liquide avec précaution dans un flacon de déchets.

Une fois par semaine, purger l'eau de condensation huileuse du filtre détendeur en pressant la tige située au fond du collecteur de liquide.

Filtre d'aspiration :

Contrôler le filtre une fois par mois, le nettoyer deux fois par an ou le remplacer.

Huile :

Utiliser uniquement de l'huile spéciale SE-32 ! Éliminer l'huile usagée comme prescrit. Une fois par semaine, contrôler le niveau d'huile affiché sur le verre-regard. En cas de besoin, faire l'appoint d'huile. Changer l'huile tous les 12 mois.

- Pour ce faire, retirer le couvercle à nervures en desserrant les 4 vis.
- Incliner le récipient de manière à libérer la totalité de l'huile. Serrer le bloc moteur d'une main pour l'empêcher de tomber.
- Éliminer les impuretés accumulées dans le boîtier.
- Vérifier le joint torique sur le couvercle à nervures et le remplacer le cas échéant ; nettoyer les surfaces d'étanchéité.
- Rajouter env. 0,6 L d'huile (SE-32).
- Remonter le couvercle à nervures. Pendant la marche, vérifier l'étanchéité du couvercle à nervures.

## 5.9 Module d'injection SFS 6

Remplacer les tuyaux du module d'injection,

- lorsque des contaminations surviennent
- en cas de sensibilité réduite en raison d'un débit d'aspiration réduit.
- 1. Dévisser les tuyaux PTFE hors de la soupape.
- 2. Visser les nouveaux tuyaux PTFE dans l'ordre.

## 5.10 Raccordements d'alimentation

Voir section "Raccordements et connexions" p. 47.

Travaux de maintenance Contrôler l'étanchéité :

- 1. Une fois par semaine comme contrôle de sécurité.
- 2. Lorsque le manomètre en amont indique une nette chute de pression dans l'installation d'alimentation en gaz après la fermeture du robinet d'arrêt.
- 3. Lorsqu'un raccord de gaz a été ouvert lors d'une nouvelle mise en service.
- 4. Imbiber les raccords d'un liquide très mousseux (par ex. savon). Si des bulles de mousse se forment sur les raccords de gaz lors de la mise en service, mettre le ZEEnit 700 P hors tension et couper l'alimentation en gaz.
- 5. Dévisser les raccords de gaz et contrôler leur assise. Si des bagues d'étanchéité sont présentes, les contrôler. Remplacer les bagues d'étanchéité usées.
- Visser les raccords de gaz à fond, contrôler leur bonne assise et contrôler de nouveau l'étanchéité.

## 6 Transport et stockage

#### Outillage

- 4 poignées
- Clé à fourche 19 mm (contenue dans la livraison)



## ATTENTION

Risque de blessure ! Le ZEEnit 700 P pèse 225 kg. 4 personnes sont nécessaires pour le transport de l'appareil uniquement au moyen des poignées vissées.



#### ATTENTION

Risque de brûlure au contact des surfaces chaudes ! Lors de la préparation du ZEEnit 700 P pour le transport, respecter les phases de refroidissement.



#### NOTE

Tout matériau d'emballage inapproprié ou dispositif de sécurité pour le transport manquant risque d'endommager l'appareil !

Transporter le ZEEnit 700 P uniquement dans son emballage d'origine. Fixer le monochromateur avec le dispositif de sécurité pour le transport.

- Désinstaller tous les composants, voir le chapitre "Installation et mise en service" p. 40. Vérifier que le tuyau d'évacuation a été retiré du compartiment d'échantillons.
- 2. Retirer la porte du compartiment d'échantillons Flamme.
- 3. Couper l'alimentation en gaz au niveau des raccords de l'appareil.
- 4. Déconnecter les raccords en gaz placés au dos du ZEEnit 700 P :
- 5. Desserrer le tuyau d'argon, d'air et de protoxyde d'azote de l'olive.
- Pour le raccord d'acétylène, utiliser une clé plate de 19 mm. Filetage à gauche !
- Pour le raccord d'acétylène, utiliser une clé plate de 19 mm. Filetage à gauche !
- 6. Détacher les raccords rapides des tuyaux du réfrigérant.
- 7. Déconnecter les raccordements électriques.



#### NOTE

Ne pas basculer le groupe de refroidissement mobile.

S'il ne peut pas être transporté droit ou si un transport à grande distance est nécessaire, vider le groupe de refroidissement mobile KM5.

- 8. Vider le groupe de refroidissement mobile (→ Section "Groupe de refroidissement mobile KM 5" p. 104)
- 9. Retirer les quatre bouchons placés des deux côtés de l'appareil sur les trous des poignées, et les conserver.
- 10. Visser les quatre poignées dans les trous jusqu'en butée.

# 7 Elimination

La spectrométrie d'absorption atomique n'entraîne en général que des déchets liquides. Outre des ions métalliques et de métaux lourds, ils sont composés principalement de divers acides minéraux, qui sont utilisés lors de la préparation de l'échantillon. Pour éliminer proprement ces déchets et sans aucun risque, les solutions à jeter doivent être neutralisées par ex. à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium diluée.

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

Le ZEEnit 700 P doit être éliminé avec ses composants électroniques dès l'expiration de la durée de vie de l'appareil et conformément à la législation en vigueur.

La lampe au Xénon doit être éliminée conformément à la législation locale ou adressez-vous au service après-vente de Analytik Jena.

# 8 Spécifications

## 8.1 Caractéristique techniques

## 8.1.1 Caractéristiques du ZEEnit 700 P

Techniques	<ul> <li>Technique à tube graphite pour échantillons dissous et solides en mode Faisceau unique avec une correction du fond Zeeman ou Deuterium.</li> </ul>		
	<ul> <li>Technique à flamme en tion du fond Deuterium</li> </ul>	mode Faisceau unique ou Double faisceau avec une correc-	
	<ul> <li>Technique aux hydrures correction du fond Deut</li> </ul>	s et à vapeur froide Hg en mode Faisceau unique avec une terium.	
	<ul> <li>Technique HydrEA en n rium.</li> </ul>	node Faisceau unique avec une correction du fond Deute-	
Correction du fond	Correction du fond Zeemar Champ magnétique unipol seur, avec 3 modes de corr	ո aire, disposé transversalement et modulé par microproces- ection :	
	<ul> <li>Technique 2 champ par échelon entre 0</li> </ul>	os : la valeur de champ maximale peut être sélectionnée ),5 et 1 Tesla.	
	<ul> <li>Technique 3 champ échelon entre 0,1 é</li> </ul>	os : les valeurs de champ peuvent être sélectionnées par et 0,95 Tesla.	
	<ul> <li>Mode dynamique</li> </ul>		
	Correction du fond Deuteri	um avec lampe D2HKL à courant régulé.	
Photomètre	Disposition à un faisceau avec une stabilité des lignes de base à double faisceau ou disposition à double faisceau avec un séparateur de faisceau et un miroir à secteur en rotation pour coupler la trajectoire du faisceau de référence		
	<ul> <li>Rendement lumineux élevé</li> </ul>		
	<ul> <li>Optique à miroirs avec revêtement en quartz</li> </ul>		
	<ul> <li>Multiplicateur photo longue portée R928, 9 échelons</li> </ul>		
	<ul> <li>Polarisateur à quartz av aux UV, pouvant être so</li> </ul>	vec couche antireflet et transmission optimisée par rapport orti de la trajectoire du faisceau	
Monochromateur	Implantation	Disposition Czerny-Turner modifiée avec une grille holistique plane, un réglage automatique de la longueur d'onde et de la largeur de fente	
	Plage de longueur d'onde	185 à 900 nm	
	Largeur de fente	0,2 nm, 0,5 nm, 0,8 nm, 1,2 nm	
Tourelle à lampes pour lampe HKL	Tourelle à 8 lampes, comm une unité de lecture et d'éc	nandée par PC, pour un fonctionnement automatique, avec criture pour une utilisation de lampes codées.	
Lampes à cathode creuse HKL, codées L'utilisation de lampes non codées est possible.

Type de lampe : lampes à décharge luminescente pour 68 éléments avec rayonnement en ligne dans la plage UV/VIS

	Alimentation électrique de la lampe	2 à 20 mA	
	Mode d'exploitation	Cadence électrique	
		<ul> <li>En mode Zeemann mode 2 et 3 champs</li> </ul>	200 Hz
		En mode Graphite D2 et en mode Hydrure	100 Hz
		<ul> <li>En mode Flamme</li> </ul>	50 Hz
	Alimentation électrique	2 blocs d'alimentation, à courant stabilisé	
		<ul> <li>Pour la lampe active</li> </ul>	
		<ul> <li>Pour le préchauffage</li> </ul>	
Lampes à cathode creuse Super, codées	Type de lampe : lampes à d Emetteur linéaire dans la p sible.	écharge luminescente avec décharge supplémen lage UV/VIS. L'utilisation de lampes non codées e	taire. est pos-
	Alimentation électrique de la lampe	2 à 20 mA	
	Courant Boost	0 à 50 mA	
	Mode d'exploitation	Cadence électrique	
		En mode Zeemann mode 2 et 3 champs	200 Hz
		En mode Graphite D2 et en mode Hydrure	100 Hz
		<ul> <li>En mode Flamme</li> </ul>	50 Hz
Lampe à cathode creuse Deuterium D2HKL	Type de lampe : lampe à dé plage UV	charge luminescente avec rayonnement continu	dans la
	la lampe	5 a 35 mA	
	Mode d'exploitation	Cadence électrique	
		<ul> <li>En mode Graphite et en mode Hydrure</li> </ul>	100 Hz
		En mode Flamme	50 Hz
Modes d'exploitation analytiques en absorption	Absorption totale		
Modes d'affichage	Extinction	-0,01 à 3,00	
	Concentration	Affichage à 5 chiffres max. (0,001 à 99999), unité sélectionnable	
	Emission	0 à 1 ; en mode Flamme possible	
	Energie normée	0 % à 100 %	
Traitement des valours			150
Trailement des Valeurs	Fréquence de mesure	■ En mode Zeeman Mode 2 champs	150 Hz
	(sequence de valeurs indi- viduelles)	En mode Zeeman Mode 3 champs	200 Hz
	viduenesj	<ul> <li>En mode Graphite D2 et en mode Hydrure (valeurs individuelles corrigées)</li> </ul>	100 HZ

	Mode Flamme-     100 Hz     (valeurs individuelles corrigées)
Saisie des signaux	Système de saisie des valeurs mesurées par microprocesseur, optimisée par rapport au signal/bruit, sur la base de la tech- nique Correlated Double Sampling (technique CDS)
Analyse des signaux, type d'intégration	Valeur moyenne Valeur moyenne répétée Valeur maximale : valeur maximale de l'extinction Valeur intégrale : extinction avec intégrale dans le temps
Durée d'intégration	0,1 à 600 s
Compensation à zéro (va- leur mesurée AZ)	0,1 à 600 s
Temporisation	0 à 600 s
Durée de mesure de l'éner- gie	0,3 s
Lissage	À trois niveaux : arrêté ► faible ► fort
Types de la représentation des valeurs mesurées	Extinction, émission, concentration
Nombre des caractères	3, 4 ou 5
Unités de la concentration	mg/L, μg/mL, ng/mL, μg/L, ng/L ou selon l'utilisateur
Fenêtre d'affichage des résultats	Valeurs alphanumériques Représentation sous forme de colonnes des valeurs intégrées (graphique à barres) Allure dans le temps du pic individuel Graphique des pics se superposant Aperçu des allures des pics
Fenêtres spéciales	Programme temps-température (programme de four) Optimisation du programme de four Rapport Hg/Hydrure Valeurs de concentration dans la courbe de référence Allures des pics avec limites d'intégration variables
Fenêtre QC (Quality Check)	<ul> <li>Valeur à blanc QC</li> <li>Carte de contrôle des valeurs à blanc</li> <li>Echantillons de contrôle QC</li> <li>Carte de contrôle de la valeur moyenne Carte de contrôle de récupération</li> <li>Détermination double QC échantillon/matrice</li> <li>Carte de contrôle des différences (carte de contrôle des tendances)</li> <li>Carte de contrôle de la portée (carte de contrôle Range)</li> <li>Carte de contrôle de la précision (carte de contrôle SD)</li> <li>Echantillon récupération QC</li> <li>Carte de contrôle du taux de récupération en pourcentage</li> </ul>
Méthodes statistiques	<ul> <li>Statistique Sigma</li> <li>Formation de valeur moyenne avec écart type (SD), écart type relatif (RSD)</li> </ul>

		Statistique médiane
		<ul> <li>Valeur médiane avec portée (R) et portée relative (R %)</li> </ul>
	Intervalle de confiance	Au choix : absolu, relatif ou désactivable
		Plage de confiance sélectionnable :
		68,3 % (1 <del>0</del> )
		90 % (1,6 <del>0</del> )
		95,4 %(2 σ)
		99 % (2,6 <b>0</b> )
		99,7 % (3 <b>o</b> )
		99,9 % (3,6 σ)
Etalonnage	Procédé d'étalonnage	Etalonnage standard (nouvel étalonnage) Méthode de dosage par encadrement Addition standard (pour technique pour matières solides, re- présentation 3D) Etalonnage d'addition
	Adaptation de la courbe de référence	Fonctions de poids variables, linéaires Fonctions de poids variables, non linéaires
	Nombre de standards	de 1 à 30
	Nombre de concentrations d'addition	de 1 à 30
	Nouvel étalonnage	Nouvel étalonnage à deux points avec indication du facteur de nouvel étalonnage
Alimentation électrique	Tension d'alimentation	230 V ~
	Fréquence	50/60 Hz
	Protection du réseau côté	Coupe-circuit à fusible 35 A temporisé
	installation, dans le bâti- ment	Pas de disjoncteur !
	Puissance absorbée moyenne type	2100 VA
	Consommation max. de courant	52 A pendant 8 s ou 85 A pendant 1 s
	Prise de sortie	Comme la prise d'entrée (230 V ~, 50/60 Hz)
		Pour le raccordement des accessoires : PC ; système Hydrure
	Catégorie de surtension	II conformément à DIN EN 61010-1
	Degré de salissure	2 conformément à DIN EN 61010-1
	Classe de protection	I
-	Classe de protection	IP 20

Fusibles de l'appareil

Seul le personnel du service après-vente d'Analytik Jena ou les personnes autorisées par Analytik Jena sont autorisés à remplacer les fusibles

gL-Cartouches de fusibles G (10×38 mm<sup>2</sup>) conf. à 60947-3.

Numéro du fusible	Туре	Circuit électrique protégé
F1 / F2	32 A/T	Entrée du réseau

#### Cartouches de fusibles G (5×20 mm<sup>2</sup>) conf. à IEC 60127.

Numéro du fusible	Туре	Circuit électrique protégé
F3 / F4	T 6,3 A/H	Prise de courant pour accessoires ex- ternes
F5 / F6	T 2,5 A/H	Côté primaire transformateur, NTL
F7 / F8	T 6,3 A/H	Alimentation en courant magnétique
F9	T 0,08 A	D2-HKL
F10	T 0,25 A	HKLs
F11	T 0,08 A	Courant Boost
F12	T 1 A	Chauffage pour courant Boost
F13	T 0,032 A	Analogique
F 14	T 3,15	Filament boudiné

#### **Fusibles** internes

Numéro du fusible	Туре	Circuit électrique protégé
F1 interne	TR5-T 100 mA	Ligne de mesure four Zeemann
F1 interne MagPS	FF 4 A/H	Alimentation en courant magnétique

#### Conditions environnantes

Dimensions et poids

### conformément à DIN ISO 90022-2:2003 / 01

Traitement anti-corrosion	L'appareil est insensible à la corrosion pour les échantillons utilisés	
Température de travail	+10 ℃ à +35 ℃	
Humidité ambiante en service	Max. 90 % à +30 ℃	
Température de stockage	de - 40 °C à + 70 °C (utiliser du desséchant)	
Masse	230 kg	
Dimensions (L x H x P) :	1180 mm $\times$ 650 mm $\times$ 735 mm	
Transport de l'appareil	Possible uniquement avec des poignées de transport adap- tées, bien vissées	

Four à tube graphite

### 8.1.2 Exigences minimales du logiciel ASpect LS

Ordinateur	Résolution graphique 1280 x 1024 pixels ou plus	
	Souris / boule de commande	
	2 interfaces USB 2.0	
Système d'exploitation	PC avec Windows 8.1 ou 10 (32 bits ou 64 bits)	

## 8.1.3 Données sur la technique du tube graphite

Type d'échantillon	Dissous Solide		
Type de tube	Tube IC (atomisation murale) Tube IC avec plate-forme 1-BROCHE Tube IC solide Tous les types de tube sont munis d'un revêtement pyrolyse.		
Volume	Max. 50 μL		
Réglage de la température	Température réglable entre la température ambiante et 3000 °C, réglable en pas de 1 °C		
Programmation temps- température (programme de four)	Programmation de 20 pas maxi à l'intérieur de limites défi- nies, 0 à 999 s/pas, à intervalles de 1 s Augmentation de température (rampe) : Rampes linéaires de 1 °C/s à 3000 °C/s et rampes non li- néaires maximum (Full Power FP / No Power NP) Réglage du gaz inerte et du gaz supplémentaire Insertion de pas d'injection et d'enrichissement Définition du point de départ pour l'auto-zéro et l'intégration		
Eau de refroidissement	Min. 2,5 L/min, sans sédiments 20 °C à 40 °C		
Gaz inerte	Argon 4.8 et mieuxParticules autorisées :Oxygène $\leq$ 3 ppmAzote $\leq$ 10 ppmCarbones $\leq$ 0,5 ppmHumidité $\leq$ 5 ppmConsommation : max. 2 L/min (suivant le programme température-temps)Pression d'entrée :600 à 700 kPa		
Circuits de sécurité pour protéger en cas de	Surchauffe transformateur du chauffage du four Surchauffe des bobines d'électroaimant Rupture de tube graphite Surchauffe du four à tube graphite Exploitation avec four à tube graphite ouvert Exploitation avec débit d'eau de refroidissement insuffisant Exploitation avec pression d'entrée insuffisante de gaz inerte Dysfonctionnements du système de commande magnétique et d'alimentation		

Distributeur	Distributeur d'échantillons avec fonction de dilution, commande PC complète		
d´échantillons AS-GF	Panier à échantillons	108 positions	
	Vials échantillons	100 pièces, 1,5 mL	
	Récipients spéciaux	8 pièces, 5 mL	
	Volume de pipetage	1 à 50 μL	
	Volume de rinçage	0,5 mL, nombre de cycles de rinçage configurable	
	Méthodes de programma- tion	Standard, Modifiant, Dilution, Addition, Enrichissement automatique	
	Masse	7,2 kg	
Groupe de refroidisse-	Refroidisseur d'air avec the	rmostat ; sans CFC	
ment mobile KM 5	Capacité du réservoir	5 L	
	Débit	3 L/min	
Accessoires pour l'analyse des solides	SSA 600	Distributeur d'échantillons solides pour le mode d'exploitation automatique	
	SSA 6	Distributeur d'échantillons solides pour le mode d'exploitation manuel	

## 8.1.4 Données sur la technique à flamme

Types de flamme	Acétylène/Air	Brûleur à fente 50 mm, codé (standard) Brûleur à fente 100 mm, codé (en option)		(standard) E (en option)
	Acétylène/Protoxyde Brûleur à fente 50 mm, codé d'azote			
Agent d'oxydation	Air comprimé et N <sub>2</sub> O (p toxyde d'azote)	ro-	Pression d'entrée :	400 à 600 kPa
	Débit du nébuliseur			
	Air		400 à 600 NL/h	
	N <sub>2</sub> O		320 a 480 NL/h	
	Agent d'oxydation supp taire (air ou N <sub>2</sub> O)	lémen-		
	Air		3 niveaux : 75 / 150	) / 225 NL/h
	N <sub>2</sub> O		3 niveaux : 60 / 120	) / 180 NL/h
Gaz combustible	Acétylène	Pr Co	ession d'entrée : insommation : 40 à 31	80 à 160 kPa .5 NL/h
Nébuliseur	Principe actif	Né	ébuliseur pneumatique	e à fente annulaire
	Matériel Ca		Canule Platine/Rhodium, buse en PEEK	
	Nébuliseur 0,7 E		Débit de 4 à 7 mL/min	
	Surveillance du siphon			
	Principe actif	Flo	otteur, anticorrosif	

Réglage du brûleur	Hauteur	5 à 15 mm, automatisé	
	Rotation	0 à 90 degré, manuel	
Circuits de sécurité	Surveillance de	Brûleur et type de brûleur Pression de gaz combustible Pression d'entrée, agent d'oxydation (air et N2O) Niveau du siphon Flamme	
Echantillonneur	Distributeur d'échantillons sans fonction de dilution, entièrement piloté par PC		
automatique AS-F	Panier à échantillons 139/15 Vials échantillons Récipients spéciaux	129 pièces, 15 mL 10 pièces, 50 mL	
	Panier à échantillons 54/50 Vials échantillons	54 pièces, 50 mL	
	Alimentation électrique	par appareil de base AAS	
	Flacon de rinçage	2 L	
	Masse	6,5 kg	
Echantillonneur	Distributeur d'échantillons avec fonction de dilution, entièrement piloté par PC		
automatique AS-FD	Panier à échantillons 139/15 Vials échantillons Récipients spéciaux	129 pièces, 15 mL 10 pièces, 50 mL	
	Panier à échantillons 54/50 Vials échantillons	54 pièces, 50 mL	
	Doseur dans module fluidique	5 mL	
	Alimentation électrique	par appareil de base AAS	
	Flacon de rinçage	2 L	
	Flacon pour solution de dilution	n 2 L	
	Masse (totale)	10,0 kg	
	Passeur d'échantillon	6,5 kg	
	Module fluidique	3,5 kg	
Module d'injection SFS 6	Piloté par PC		
	Volume d'échantillons pour dét nation individuelle	ermi- 300 µL (volume minimum)	
	Alimentation électrique	Par appareil de base AAS	

Compresseur à piston	Capacité du réservoir	15 L
	Dimensions (diamètre × hauteur)	400 mm × 480 mm
	Alimentation électrique	230 V, 50 Hz ou
		230 V, 60 Hz
	Masse	27 kg
	Pression de service max.	800 kPa
Racloir	Piloté par PC	
	Alimentation électrique Par	appareil de base AAS

### 8.1.5 Systèmes Hg/Hydrure

HS 60 modular, HS 55 modular, HS 50 pour les techniques aux hydrures et HydrEA. Voir le manuel d'instructions des systèmes Hg/Hydrure.

# 8.2 Directives et normes

Classe et type de protection	Le ZEEnit 700 P a la classe de protection I. Le boîtier possède le type de protection IP 20.	
Sécurité de l'appareil	Le ZEEnit 700 P répond aux normes de sécurité suivantes :	
	<ul> <li>DIN EN 61010-1 (VDE 0411T.1 ; CEI 61010-1)</li> </ul>	
	<ul> <li>DIN EN 61010-2-061 (CEI 61010-2-061)</li> </ul>	
Compatibilité CEM	Le ZEEnit 700 P a été soumis aux essais de déparasitage, de résistance aux perturba- tions et d'émissions de perturbations satisfait aux exigences de la norme :	
	<ul> <li>DIN EN 61326</li> </ul>	
Compatibilité avec l'environnement	Le ZEEnit 700 P a été soumis à des tests établissant sa compatibilité avec l'environnement et satisfait aux exigences des normes :	
	DIN ISO 9022-3:2000	
	DIN ISO 9022-2:2003/01	
Directives pour la Répu- blique populaire de Chine	L'appareil contient des substances réglementées (par la directive « Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Elec- tronic Products »). En cas d'utilisation conforme à l'usage prévu, la société Analytik Jena garantit que ces matières 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.	
Directives UE	Le ZEEnit 700 P est fabriqué et testé selon des normes qui respectent les exigences des directives UE 2014/35/UE et 2014/30/UE.	
	À sa sortie de l'usine, l'appareil est dans un état technique irréprochable en matière de sécurité. Pour conserver cet état et assurer le fonctionnement sans danger de l'appareil, l'utilisateur doit de respecter les consignes de sécurité et de travail figurant dans le présent manuel. Pour les accessoires et composants du système fournis par d'autres fabricants, ce sont leurs modes d'emploi qui prévalent.	