

# 875 KF Gas Analyzer



Handbuch  
8.875.8001DE / 2019-11-12





Metrohm AG

CH-9100 Herisau

Schweiz

Telefon +41 71 353 85 85

Fax +41 71 353 89 01

[info@metrohm.com](mailto:info@metrohm.com)

[www.metrohm.com](http://www.metrohm.com)

# **875 KF Gas Analyzer**

## **Handbuch**

8.875.8001DE / 2019-11-12

Technical Communication  
Metrohm AG  
CH-9100 Herisau  
techcom@metrohm.com

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Diese Dokumentation wurde mit grösster Sorgfalt erstellt. Dennoch sind Fehler nicht vollständig auszuschliessen. Bitte richten Sie diesbezügliche Hinweise an die obenstehende Adresse.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1	Gerätebeschreibung .....	1
1.2	Systembeschreibung .....	1
1.3	Systemspezifikation .....	2
1.4	Angaben zur Dokumentation .....	3
1.4.1	Darstellungskonventionen .....	3
1.5	Sicherheitshinweise .....	4
1.5.1	Allgemeines zur Sicherheit .....	4
1.5.2	Elektrische Sicherheit .....	5
1.5.3	Brennbare Lösungsmittel und Chemikalien .....	6
1.5.4	Recycling und Entsorgung .....	6
<b>2</b>	<b>Geräteübersicht</b>	<b>7</b>
2.1	Geräte .....	7
2.2	Leitungsschema .....	7
2.3	I/O Controller .....	8
<b>3</b>	<b>Installation</b>	<b>10</b>
3.1	Gerät aufstellen .....	10
3.1.1	Verpackung .....	10
3.1.2	Kontrolle .....	10
3.1.3	Aufstellungsort .....	10
3.2	Allgemein .....	11
3.3	Gerät ans Stromnetz anschliessen .....	11
3.4	Steuerleitungen anschliessen .....	12
3.5	PC und Bedieneinheit anschliessen .....	13
3.6	Windows-Kennwörter .....	14
3.7	Gasanschlüsse .....	14
3.8	Trocknungskartusche für Stickstoff .....	14
3.9	851 Titrande .....	15
3.10	Stilllegung .....	15
<b>4</b>	<b>Bedienung</b>	<b>16</b>
4.1	Aufbau des gasführenden Systems .....	16
4.2	Methoden .....	18
4.2.1	Ablauf der Methode "Probenmessung" .....	19



4.2.2	Arbeitsschritte bei der Durchführung einer Messung .....	22
4.2.3	Erläuterungen zum Verlauf der Gasfluss- und Titrationskurve ..	23
4.2.4	Methode "Referenzmessung" .....	24
4.2.5	Wechsel des Gastyps .....	24
4.2.6	Kalibrierung eines neuen Gastyps .....	25
4.2.7	Automatische Nachführung von Methanol, automatischer Reagenzwechsel (optionales Zubehör) .....	32
4.2.8	Lösungsmittelspülung (optionales Zubehör) .....	32
<b>4.3</b>	<b>QUICKSTOP Modul .....</b>	<b>33</b>
<b>5</b>	<b>Betrieb und Wartung .....</b>	<b>34</b>
5.1	Pflege .....	34
5.2	Wartung durch Metrohm-Service .....	35
<b>6</b>	<b>Problembehandlung .....</b>	<b>36</b>
<b>7</b>	<b>Technische Daten .....</b>	<b>38</b>
7.1	Temperaturbereiche .....	38
7.2	Druckbereiche .....	38
7.3	Netzspannung .....	38
7.4	Abmessungen .....	38
7.5	Gewichte .....	39
<b>8</b>	<b>Zubehör .....</b>	<b>40</b>
	<b>Index .....</b>	<b>41</b>



## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1	Bedieneinheit und Analysenmodul .....	7
Abbildung 2	Schematischer Aufbau des Systems .....	7
Abbildung 3	I/O Controller .....	13
Abbildung 4	Schematischer Aufbau des Systems .....	17
Abbildung 5	Anschluss Probenbehälter .....	18
Abbildung 6	Schematische Darstellung der Gasflüsse während einer Analyse .....	21
Abbildung 7	Formel zur Berechnung der Extraktionszeit .....	23
Abbildung 8	Typischer Verlauf der Gasflusskurve und Driftkurve .....	24
Abbildung 9	Systematisches Vorgehen bei der Suche nach der Ursache von Drif- tstörungen .....	37



# 1 Einleitung

## 1.1 Gerätebeschreibung

Der 875 KF Gas Analyzer ist ein robustes, modular aufgebautes Analysensystem auf Basis von **tiamo**<sup>TM</sup> für die Routineanalytik im Betrieb.

Das nachfolgend beschriebene System wurde konzipiert für die coulometrische Wassergehaltsbestimmung nach Karl Fischer in Gasen, wobei sowohl Flüssiggase als auch Permanentgase untersucht werden können. Diese Methode ist auch für sehr niedrige Wassergehalte geeignet.

Es besteht aus einer Bedieneinheit und einem Analysenmodul. Das Analysenmodul ist mit einer Trägerplatte für die Gasführung und der Zelle für die Wassergehaltsbestimmung sowie intern mit einem 851 Titrande bestückt, um alle notwendigen Analysenschritte vollautomatisch durchzuführen. Dabei wird eine vom Benutzer definierbare Menge an Gas mit dem Durchflussmesser genau abgemessen und in die angeschlossene Coulometerzelle eingeleitet. Eventuell im Rohrleitungssystem verbleibende Reste der Probe und Wasser werden mit trockenem Stickstoff nachgespült. Das Wasser wird vom Coulometriereeagenz absorbiert und dort mittels Karl-Fischer-Titration bestimmt. Das für die Titration benötigte Iod wird bei der Coulometrie durch anodische Oxidation erzeugt und der Wassergehalt nachfolgend berechnet. Bei der Bestimmung von Flüssiggasen werden die Proben zuvor kontrolliert verdampft und dann der Probenmessung zugeführt.

Zusätzlich zu dieser Dokumentation des KF Gas Analyzers sind die Handbücher, Dokumentationen der einzelnen Komponenten (851 Titrande, Massendurchflussregler, Einzelkomponenten) zu beachten.

## 1.2 Systembeschreibung

- Massgeschneidertes, robustes Analysensystem mit hochwertigen Komponenten für die Routineanalytik.
- Trennung des gasführenden Systems von der Elektronik und der Spannungsversorgung.
- Die Trägerplatte mit den Systemkomponenten ist hinter einer Abdeckung montiert.
- Die Trägerplatte enthält sämtliche Komponenten der Gasführung bzw. Gasaufbereitung und die Coulometerzelle.
- Das Gassystem der Trägerplatte ist druckgeprüft.
- Stickstoffzuleitung mit Trockenkartusche zur Vortrocknung und Rückschlagventil.



- Proben-EingangsfILTER zur Vermeidung von Partikeleintrag in das Gassystem.
- EntlüftungsbyPass zur Druckentlastung beim Gaswechsel.
- Integrierter, regelbarer Verdampfer für Flüssiggase.
- Beheizter ÖLFILTER mit Edelstahlfilterelement für die Analytik von gebrauchten Kältemitteln mit Anteilen an Kältemaschinenölen.
- Spülanschluss zur Entfernung von Ölresten.
- Präzise Gasmessung mit Massendurchflussregler (MFC).
- Automatisierter Analysenablauf durch die Verwendung von Magnetventilen.
- Vordefinierte Analysenmethode mit Vorspül-, Gaseinleitungs-, und Nachspülphase.
- Coulometrisches Verfahren zur direkten Bestimmung des Wassergehaltes.
- Industrie-PC und TFT-Panel (optional erhältlich).
- Alle Komponenten ausser dem TFT-Panel sind in einem Gehäuse integriert.
- Flexible Steuerung, benutzerfreundliche Methodenerstellung bzw. Methodenverwaltung und ausführliches Datenmanagement über die **tiamo**<sup>TM</sup> Software. Die Bedienung von tiamo<sup>TM</sup> ist in der Online-Hilfe beschrieben. Komplette Einbindung und Steuerung aller Systemkomponenten über die Software.

## 1.3 Systemspezifikation

- Das System muss im Abzug betrieben werden.
- Maximaler Eingangsdruck der Probe: 40 bar.
- Maximale Verdampfungstemperatur: 80 °C.
- Stickstoff ist als Hilfsgas erforderlich. Die Vortrocknung erfolgt mit Molekularsieb im 875 KF Gas Analyzer. Der Vordruck muss dem Dampfdruck der Proben entsprechen.
- Gasanschlüsse für Stickstoff, Spülmedium, Hochdruckabgas: 6 mm Swagelok-Klemmringverschraubung.
- Gasanschluss für Proben: 1/16" bzw. 6 mm Swagelok-Klemmringverschraubung.
- Gasart: Das System ist für folgende Flüssiggase und Permanentgase geeignet, wobei nach jeder Messung eine Spülung des Gassystems mit Stickstoff erfolgen muss, weitere Gase können auf Nachfrage und Überprüfung eventuell freigegeben werden.
  - Propan, Propen, Butan, Buten, Butadien, LPG, Erdgas
  - Dimethylether, Ethylenoxid
  - Chlorierte Kohlenwasserstoffe: Methylchlorid, Ethylchlorid, Vinylchlorid
  - Kältemittel: diverse FCKW, FKW, CKW  
Neue und gebrauchte Kältemittel mit Anteilen an Kältemaschinenölen.

- Sicherheitspezifikation Schutzgrad IP54.



#### HINWEIS

Die Werkstoffe der verwendeten Komponenten wurden für die genannten Gase sorgfältig ausgewählt. Nach technischem Stand und nach den Beständigkeitslisten der Hersteller der Werkstoffe sind diese Werkstoffe gegen die aufgeführten Gase beständig.

Eine generelle Garantie kann nicht zugesichert werden, da nicht beurteilt werden kann, wie sich Gasgemische im System verhalten, bzw. in welcher Konzentration und Reinheit und in welchem Aggregatzustand die jeweiligen Gase durch das System strömen.

## 1.4 Angaben zur Dokumentation



#### VORSICHT

Lesen Sie bitte die vorliegende Dokumentation sorgfältig durch, bevor Sie das Gerät in Betrieb nehmen. Die Dokumentation enthält Informationen und Warnungen, welche vom Benutzer befolgt werden müssen, um den sicheren Betrieb des Gerätes zu gewährleisten.

### 1.4.1 Darstellungskonventionen

In der vorliegenden Dokumentation können folgende Symbole und Formattierungen vorkommen:

(5-12)

#### Querverweis auf Abbildungslegende

Die erste Zahl entspricht der Abbildungsnummer, die zweite dem Geräteelement in der Abbildung.

1

#### Anweisungsschritt

Führen Sie diese Schritte nacheinander aus.

**Methode**

**Dialogtext, Parameter** in der Software

**Datei ▶ Neu**

Menü bzw. Menüpunkt

[Weiter]

**Schaltfläche** oder **Taste**



#### WARNUNG

Dieses Zeichen weist auf eine allgemeine Lebens- oder Verletzungsgefahr hin.

**WARNUNG**

Dieses Zeichen warnt vor elektrischer Gefährdung.

**WARNUNG**

Dieses Zeichen warnt vor Hitze oder heissen Geräteteilen.

**WARNUNG**

Dieses Zeichen warnt vor biologischer Gefährdung.

**VORSICHT**

Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Beschädigung von Geräten oder Geräteteilen hin.

**HINWEIS**

Dieses Zeichen markiert zusätzliche Informationen und Ratschläge.

## 1.5 Sicherheitshinweise

### 1.5.1 Allgemeines zur Sicherheit

**WARNUNG**

Betreiben Sie dieses Gerät ausschliesslich gemäss den Angaben in dieser Dokumentation.

Das vorliegende System ist geeignet, Gase und Flüssiggase zu verarbeiten. Zusätzlich werden Gefahrstoffe im Nassteil verwendet. Die Verwendung erfordert deshalb grundlegende Kenntnisse und Erfahrung im Umgang mit Flüssiggasen, Gasen bzw. unter Druck stehenden Medien. Ausserdem sind Kenntnisse in der Anwendung von Brandschutzmassnahmen notwendig, die in Laboratorien vorgeschrieben sind. Das System darf nur von unterwiesenem Personal betrieben werden. Der Bediener muss sowohl entsprechend dieser Geräteanleitung als auch gemäss der kundenspezifischen Laborordnung unterwiesen sein.

Dieses Gerät hat das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand verlassen. Zur Erhaltung dieses Zustandes und zum gefahrlosen Betrieb des Gerätes müssen die nachfolgenden Hinweise sorgfältig beachtet werden.

**HINWEIS**

Überprüfen Sie periodisch und besonders nach Änderungen alle Verbindungen des Systems auf Leckagen.

**WARNUNG**

Das Gassystem steht unter Druck. Es enthält sowohl unter Druck stehende Gase als auch verflüssigte Gase.

Vor dem Wechseln des Probenbehälters muss das Rohrsystem entspannt und evtl. mit Stickstoff gespült werden.

Geltende Vorschriften beachten.

**WARNUNG**

Der Ofen zur Verdampfung der Flüssiggase und der Ölfilter nach dem Ofen können eine Temperatur von bis zu 70 °C aufweisen. Vermeiden Sie direkten Hautkontakt. Tragen Sie ggf. wärmeisolierende Handschuhe.

Reinigen Sie den Ölfilter und spülen Sie die gasführenden Leitungen durch den Ofen nur in ausgeschaltetem und kaltem Zustand.

**1.5.2 Elektrische Sicherheit**

Die elektrische Sicherheit beim Umgang mit dem Gerät ist im Rahmen der internationalen Norm IEC 61010 gewährleistet.

**WARNUNG**

Nur von Metrohm qualifiziertes Personal ist befugt, Servicearbeiten an elektronischen Bauteilen auszuführen.

**WARNUNG**

Öffnen Sie niemals das Gehäuse des Gerätes. Das Gerät könnte dabei Schaden nehmen. Zudem besteht eine erhebliche Verletzungsgefahr, falls dabei unter Strom stehende Bauteile berührt werden.

Im Inneren des Gehäuses befinden sich keine Teile, die durch den Benutzer gewartet oder ausgetauscht werden können.



## Netzspannung



### WARNUNG

Eine falsche Netzspannung kann das Gerät beschädigen.

Betreiben Sie dieses Gerät nur mit einer dafür spezifizierten Netzspannung (siehe Geräterückseite).

## Schutz gegen elektrostatische Aufladungen



### WARNUNG

Elektronische Bauteile sind empfindlich gegenüber elektrostatischer Aufladung und können durch Entladungen zerstört werden.

Ziehen Sie unbedingt das Netzkabel aus der Netzanschluss-Buchse, bevor Sie elektrische Steckverbindungen an der Geräterückseite herstellen oder trennen.

## 1.5.3 Brennare Lösungsmittel und Chemikalien

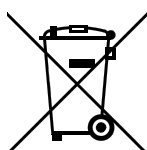


### WARNUNG

Bei Arbeiten mit brennbaren Lösungsmitteln und Chemikalien sind die einschlägigen Sicherheitsmassnahmen zu beachten.

- Stellen Sie das Gerät zwingend in einem Abzug auf.
- Halten Sie jegliche Zündquellen vom Arbeitsplatz fern.
- Beseitigen Sie verschüttete Flüssigkeiten und Feststoffe unverzüglich.
- Befolgen Sie die Sicherheitshinweise des Chemikalienherstellers.

## 1.5.4 Recycling und Entsorgung



Dieses Produkt fällt unter die Europäische Richtlinie 2012/19/EU, WEEE – Waste Electrical and Electronic Equipment.

Die korrekte Entsorgung Ihres alten Gerätes hilft, negative Folgen auf die Umwelt und die Gesundheit zu verhindern.

Genauer zur Entsorgung Ihres alten Gerätes erfahren Sie von den lokalen Behörden, von einem Entsorgungsdienst oder von Ihrem Händler.

## 2 Geräteübersicht

### 2.1 Geräte

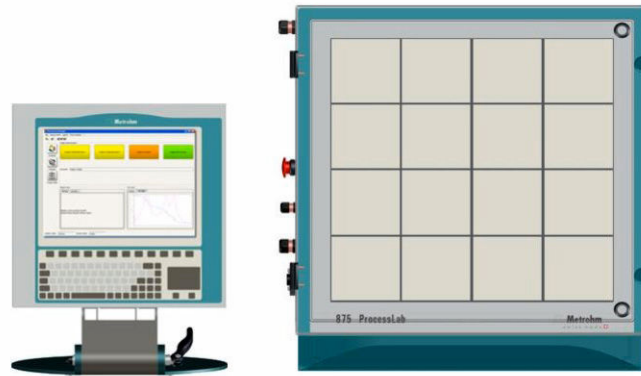


Abbildung 1 Bedieneinheit und Analysenmodul

### 2.2 Leitungsschema

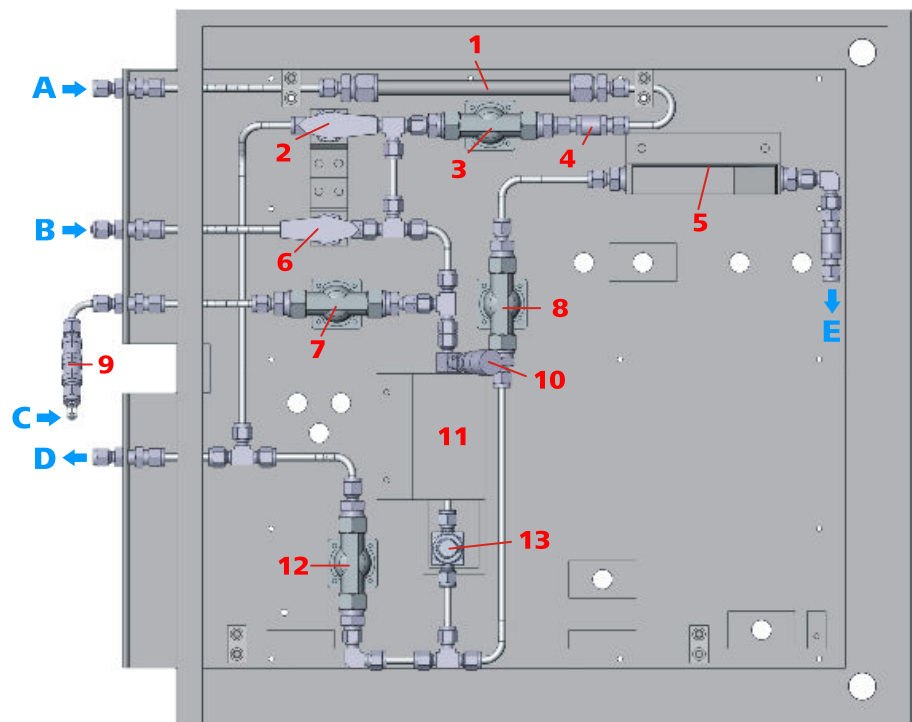


Abbildung 2 Schematischer Aufbau des Systems

**A** Stickstoff

**B** Lösungsmittelpülung



<b>C</b>	<b>Probe</b>	<b>D</b>	<b>Abgas</b>
<b>E</b>	<b>Zur Coulometerzelle</b>		
<b>1</b>	<b>Trockenkartusche (Stickstoff)</b>	<b>2</b>	<b>Hahn 1 (Entlüftung)</b>
<b>3</b>	<b>Ventil 1 (Stickstoff)</b>	<b>4</b>	<b>Rückschlagventil</b>
<b>5</b>	<b>Massendurchflussregler</b>	<b>6</b>	<b>Hahn 2 (Lösungsmittelspülung)</b>
<b>7</b>	<b>Ventil 2 (Probe)</b>	<b>8</b>	<b>Ventil 4 (Messung)</b>
<b>9</b>	<b>EingangsfILTER Probe</b>	<b>10</b>	<b>Feinregelventil (Verdampferdrossel)</b>
<b>11</b>	<b>Verdampfer</b>	<b>12</b>	<b>Ventil 3 (Abgas)</b>
<b>13</b>	<b>Ölfilter beheizt</b>		

## 2.3 I/O Controller

### Digitale Eingänge

Tabelle 1 Digitale Eingänge

Klemme	Funktion	Port	Portbezeichnung
KL1104-1-1	E1	DigIn_1_1_1	QUICKSTOP
KL1104-1-2	+24 V		
KL1104-1-3	GND		
KL1104-1-4	E3	DigIn_1_1_3	
KL1104-1-5	E2	DigIn_1_1_2	
KL1104-1-6	+24 V		
KL1104-1-7	GND		
KL1104-1-8	E4	DigIn_1_1_4	

### Digitale Ausgänge und Relais Ausgänge

Tabelle 2 Digitale Ausgänge und Relais Ausgänge

Klemme	Funktion	Port	Portbezeichnung
KL2424-2-1	A1	DigOut_1_2_1	Ventil1 - N2
KL2424-2-2	GND		
KL2424-2-3	GND		
KL2424-2-4	A3	DigOut_1_2_3	Ventil 3 - Abgas
KL2424-2-5	A2	DigOut_1_2_2	Ventil 2 - Probe

<b>Klemme</b>	<b>Funktion</b>	<b>Port</b>	<b>Portbezeichnung</b>
KL2424-2-6	GND		
KL2424-2-7	GND		
KL2424-2-8	A4	DigOut_1_2_4	Ventil 4 - Messung
Schutzleiter Klemme 4-polig	Masse	Klemme 1-4	jeweils Masse der 4 Ventile
KL2424-3-1	A1	DigOut_1_3_1	-
KL2424-3-2	GND		
KL2424-3-3	GND		
KL2424-3-4	A3	DigOut_1_3_3	MFC
KL2424-3-5	A2	DigOut_1_3_2	Heizung
KL2424-3-6	GND		
KL2424-3-7	GND		
KL2424-3-8	A4	DigOut_1_3_4	-

### **Analoge Eingänge**

*Tabelle 3 Analoge Eingänge*

<b>Klemme</b>	<b>Funktion</b>	<b>Port</b>	<b>Portbezeichnung</b>
KL3204-4-1	+11	AnIn_1_4_1	Ofentemperatur
KL2424-4-2			
KL2424-4-3	+13	AnIn_1_4_3	-
KL2424-4-4	GND		
KL2424-4-5	+12	AnIn_1_4_2	-
KL2424-4-6	GND		
KL2424-4-7	+14	AnIn_1_4_4	-
KL2424-1-8	GND		



## 3.2 Allgemein

Der 875 KF Gas Analyzer wird weitestgehend vorkonfiguriert ausgeliefert.

Die in den Einzelbedienungsanleitungen aufgeführten Installationsschritte sind in der Regel schon vor der Auslieferung ausgeführt.

Zusätzliche Hinweise sind in den nachfolgenden Unterkapiteln beschrieben.

Stickstoff-Trockenkartusche mit Molekularsieb füllen.

Gasanschlüsse für Stickstoff und, falls erforderlich, für Spülmedium mit 6 mm Swagelok-Klemmringverschraubung herstellen.

Gasanschluss für Probe mit 1/16" Swagelok-Klemmringverschraubung herstellen.

Hochdruckabgas und Abgas der Coulometerzelle der Absaugung zuführen.

## 3.3 Gerät ans Stromnetz anschliessen



### WARNUNG

#### Stromschlag durch elektrische Spannung

Verletzungsgefahr durch Berühren von Bauteilen, die unter elektrischer Spannung stehen, oder durch Feuchtigkeit auf stromführenden Teilen.

- Niemals das Gehäuse des Gerätes öffnen, solange das Netzkabel angeschlossen ist.
- Stromführende Teile (z. B. Netzteil, Netzkabel, Anschlussbuchsen) vor Feuchtigkeit schützen.
- Sobald der Verdacht besteht, dass Feuchtigkeit ins Gerät eingedrungen ist, das Gerät von der Energieversorgung trennen.
- Servicearbeiten und Reparaturarbeiten an elektrischen und elektronischen Bauteilen darf nur Personal ausführen, das von Metrohm dafür qualifiziert ist.

#### Netzkabel anschliessen

#### Zubehör

Netzkabel mit folgenden Spezifikationen:

- Länge: max. 2 m
- Anzahl Adern: 3, mit Schutzleiter
- Gerätestecker: IEC 60320 Typ C13
- Leiterquerschnitt 3x min. 0.75 mm<sup>2</sup> / 18 AWG



- Netzstecker:
  - gemäss Kundenanforderung (6.2122.XX0)
  - min. 10 A



#### HINWEIS

Kein unzulässiges Netzkabel verwenden!

#### 1 Netzkabel einstecken

- Das Netzkabel in die Netzanschluss-Buchse des Gerätes einstecken.
- Das Netzkabel ans Stromnetz anschliessen.

## 3.4 Steuerleitungen anschliessen



#### WARNUNG

Gerät immer von der Versorgungsspannung trennen.

Sowohl für Digitalausgänge, Digitaleingänge, Analogausgänge und Analogeingänge dürfen nur abgeschirmte Kabel verwendet werden.

Der Kabelschirm muss mit der Erdklemme verbunden werden.

Die Leitungen werden direkt an den I/O Controller angeschlossen (*siehe Kapitel 2.3, Seite 8*).

Zum Öffnen der Kontaktfedern wird ein Schraubenzieher 2.5 x 0.4 mm senkrecht in die rechteckige Betätigungsöffnung gesteckt und in Richtung der LED gedrückt.

Wird der 875 KF Gas Analyzer an ein LAN eingebunden, dann wird ein vorkonfektioniertes Kabel direkt an die Netzwerkkarte des PCs angeschlossen.





## 3.9 851 Titrande



### HINWEIS

Installation und Vorbereitung siehe Handbuch 851 Titrande.

Beide Elektroden (Indikatorelektrode und Generatorelektrode) werden gegen Herausdrücken mit einer Schlieffklammer gesichert.

Aufgrund der Gasströmung ist nur das mitgelieferte Trockenrohr mit vergrößerter Bohrung zu verwenden.

Das Trockenrohr und der Stopfen der Gas-Einleitungsspitze werden nicht gesichert, um einen unkontrollierten Druckanstieg zu vermeiden.

## 3.10 Stilllegung

Wird das System für längere Zeit stillgelegt, so muss das komplette Gassystem (Gasfluss zum Coulometer, Abgas-, Spül- und Bypassleitungen) mit Stickstoff gespült werden (Methode Stilllegung), das Reagenz aus der Coulometerzelle entleert und mit trockenem Methanol oder Ethanol gespült werden. Die Zelle kann dann trocken gelagert werden.



## 4 Bedienung

### 4.1 Aufbau des gasführenden Systems

Die auf der Frontplatte des 875 KF Gas Analyzer montierte Ventilanordnung ermöglicht eine sichere und vollständige Überführung der Probe und des darin enthaltenen Wassers in die coulometrische Titrationszelle. Der Grafik (*siehe Abbildung 4, Seite 17*) zeigt den schematischen Aufbau des gasführenden Systems.

Die Probe gelangt über Ventil 2 (**4-7**) in die Apparatur und wird an dem Feinregelventil (Drossel) verdampft. Der Heizblock (**4-11**) führt die Wärme, die dem System durch die Verdampfungsenthalpie entzogen wird, nach und vermeidet somit, dass das zu analysierende Wasser kondensiert bzw. ausfriert.

Vor und nach Einleitung der Probe werden die gasführenden Komponenten automatisch über Ventil 1 (**4-3**) mit Stickstoff gespült, der durch eine Trockenkartusche (**4-1**) vorgetrocknet wird. Die Stickstoffspülung entfernt das Probegas vollständig aus den Leitungen, so dass keine Fehler durch Totvolumina entstehen. Des Weiteren stellt die Inertgasspülung sicher, dass die Beladung von Dichtungen und inneren Metalloberflächen der Apparatur mit Wasser vor und nach der Probeneinleitung gleich ist. Auf diese Weise können Memoryeffekte ausgeschlossen werden.

Die Abmessung der Probenmenge erfolgt durch einen Massendurchflussregler (**4-5**), der sowohl die Menge des anströmenden Gases aufsummiert als auch den Volumenstrom regelt. Während der Einleitung von Flüssiggasen darf sich hinter dem Feinregelventil kein Druck aufbauen, da andernfalls die Gefahr besteht, dass die Probe vor und im Massendurchflussregler kondensiert, was zu einer Störung der Flussregelung und zu Geräteschäden führen kann. Aus diesem Grund stellt man das Feinregelventil so ein, dass die Soll-Wert-Vorgabe für den Massendurchflussregler nicht erreicht wird. Als zusätzliche Sicherheit verfügt das System über eine Regelung, die das Probeneingangsventil schliesst, wenn der Gasfluss einen, als Common Variable hinterlegten Schwellenwert übersteigt.

Bei Anschluss einer neuen Probe wird zunächst die Zuleitung mit Probe über Ventil 3 (**4-12**) vorgespült. Dies ist notwendig, weil die Anschlusstutzen der Gasbomben in der Regel zunächst Wasser an die vorbeiströmende Probe abgeben und die Ergebnisse der ersten Messung ohne Probenspülung meist höher sind. Am Ende der Messung kann der Benutzer die Probenzuleitung über Hahn 1 (**4-2**) kontrolliert entlasten. Beim Abhängen des Gasbehälters steht die Zuleitung dann nicht mehr unter Druck.

Enthalten Proben nichtflüchtige Bestandteile wie z. B. Ölverunreinigungen, werden diese durch das Filterelement (4-**13**) zurückgehalten. Eine Verunreinigung des Massendurchflussreglers kann auf diese Weise ausgeschlossen werden.

Der Ölfilter ist thermisch leitend mit dem Heizblock verbunden, was die Filtertemperatur deutlich erhöht. Auf diese Weise wird die retardierende Wirkung der Öle auf Wasser reduziert. Die Reinigung des Filters und des Verdampfers erfolgt durch Spülung des Leitungsweges mit einem geeigneten Lösungsmittel über Hahn 2 (4-**6**). Die entsprechende Dosiervorrichtung ist Bestandteil des optionalen Lieferumfangs des 875 KF Gas Analyzer.

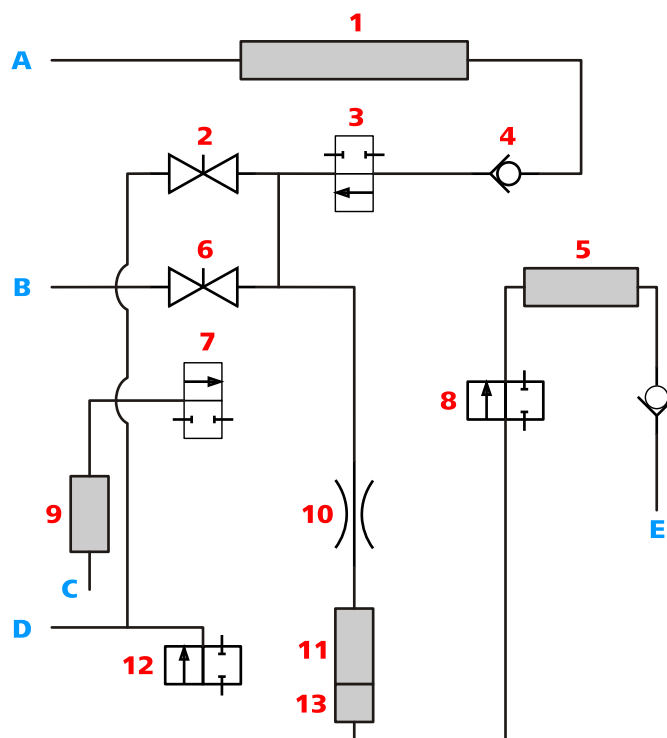


Abbildung 4 Schematischer Aufbau des Systems

<b>A</b>	Stickstoff	<b>B</b>	Lösungsmittelspülung
<b>C</b>	Probe	<b>D</b>	Abgas
<b>E</b>	Zur Coulometerzelle		
<b>1</b>	Trockenkartusche (Stickstoff)	<b>2</b>	Hahn 1 (Entlüftung)
<b>3</b>	Ventil 1 (Stickstoff)	<b>4</b>	Rückschlagventil
<b>5</b>	Massendurchflussregler	<b>6</b>	Hahn 2 (Lösungsmittelspülung)
<b>7</b>	Ventil 2 (Probe)	<b>8</b>	Ventil 4 (Messung)
<b>9</b>	Eingangsfilter Probe	<b>10</b>	Feinregelventil (Verdampferdrossel)



- Gaskalibrierung\_Gas
- Stilllegung
- Diagnosemethode Drift
- Systemvorbereitung

Zum optionalen Lieferumfang gehören die Methoden:

- Lösungsmittelspülung
- Reagenzwechsel
- Nachführung Methanol



#### HINWEIS

*Bitte beachten Sie:*

Die **tiamo**<sup>TM</sup>-Methode kann nur ausgeführt werden, wenn das Programm **Flow** gestartet ist.

### 4.2.1 Ablauf der Methode "Probenmessung"

Die Wassergehaltsbestimmung der Proben wird durch die Methode **Probenmessung** gesteuert. Diese gliedert sich im Wesentlichen in drei Schritte:

- Vospülung des Leitungsweges mit Stickstoff
- Einleitung der Probe
- Nachspülung mit Stickstoff

Die Methode ist so aufgebaut, dass beim Wechsel von Vospülung auf Probeneinleitung bzw. von Probeneinleitung auf Nachspülung der jeweils herrschende Druck im Vordrosselbereich (Leitungsvolumen zwischen Feinregel-, Stickstoff- und Probenventil) abgebaut wird. Hierdurch wird eine zu Fehlmessungen führende Vermischung von Stickstoff und Probe verhindert. Der vollständige Ablauf ist in (*siehe Tabelle 4, Seite 19*) dargestellt.

In Abbildung 6 sind die Flussschemata der Analyse graphisch dargestellt. Einige Teilschritte werden nur durchlaufen, wenn die entsprechenden Abfragen in der Probentabelle auf "ja" stehen. Die Ausstattung des 875 KF Gas Analyzer mit einer Dosiervorrichtung für Methanol-Nachführung und Reagenzwechsel sowie für die automatisierte Lösungsmittelspülung ist optional.

Tabelle 4 Gasführung und Ventilsteuerung während der Analyse

Teilschritt	Bedingung	geöffnete Ventile	Abbruchbedingung
Vospülung mit Probe	Methodenvariable „erste Messung der Probe?“ steht auf ja	Probenventil Abgasventil	Ablauf von 90 Sekunden



<b>Teilschritt</b>	<b>Bedingung</b>	<b>geöffnete Ventile</b>	<b>Abbruchbedingung</b>
Abfließen der in den Vordrosselbereich eingeströmten Probe	Methodenvariable „erste Messung der Probe?“ steht auf ja	Abgasventil	Ablauf von 60 Sekunden
Ausspülen der Abgasleitung mit Stickstoff	Methodenvariable „erste Messung der Probe?“ steht auf ja	Stickstoffventil Abgasventil	Ablauf von 45 Sekunden
Vorspülung mit Stickstoff	keine	Stickstoffventil Messventil	Statusmeldung des Coulometers Konditionieren OK, mindestens aber 60 Sekunden
Druckabbau Stickstoff	keine	Messventil	Ablauf von 20 Sekunden
Probeneinleitung	keine	Probeneingangsventil Messventil	Erreichen des unter der Methodenvariable eingetragenen Wertes für Mindestmenge Probe (mg)
Druckabbau Probe	keine	Messventil	Abfallen des Gasflusses auf kleiner 30 mL/min für länger als 6 Sekunden
Nachspülung mit Stickstoff	keine	Stickstoffventil Messventil	Erreichen der Stoppkriterien der coulometrischen KF-Titration (Extraktionszeit und relative Drift)
Entlastung der Probenzuleitung	Methodenvariable „Gasbehälter nach Messung abhängen?“ steht auf ja	Probenventil Hahn 1	

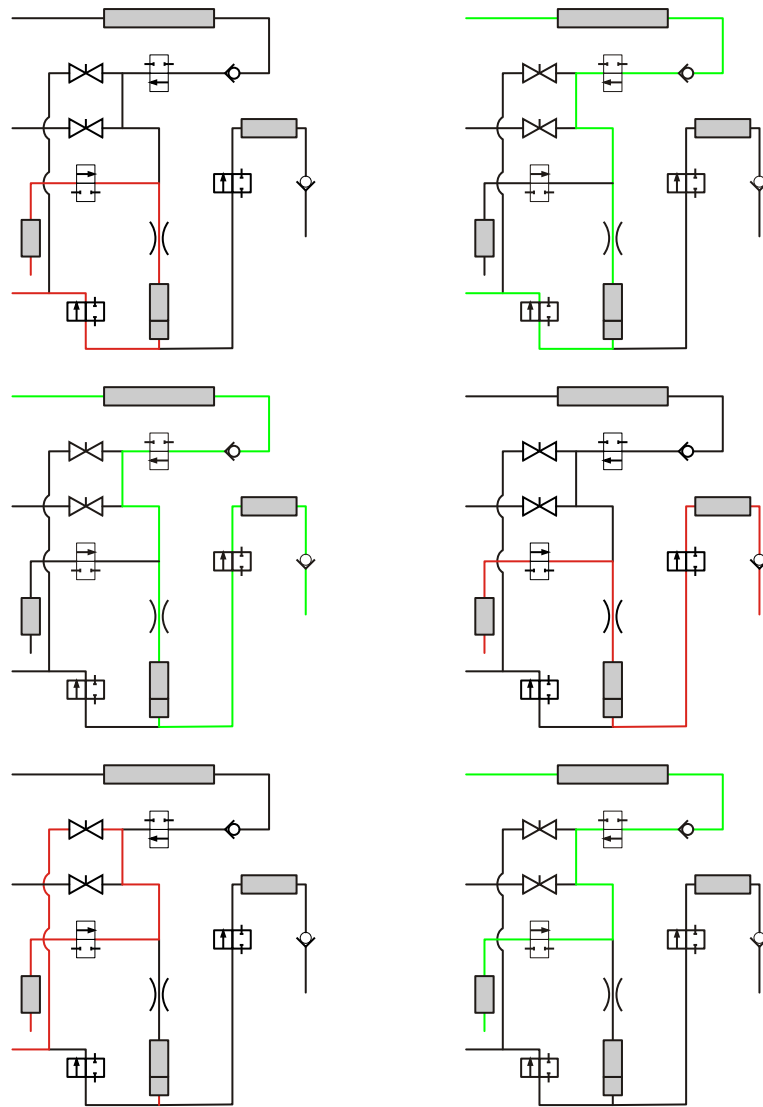


Abbildung 6 Schematische Darstellung der Gasflüsse während einer Analyse

Rote Markierung = Probenstrom		Grüne Markierung = Stickstoff	
<b>1</b>	<b>Vorspülung mit Probe</b>	<b>2</b>	<b>Ausspülen der Abgasleitung mit Stickstoff</b>
<b>3</b>	<b>Vorspülung und Nachspülung mit Stickstoff</b>	<b>4</b>	<b>Probeneinleitung</b>
<b>5</b>	<b>Entlastung Probenzuleitung</b>	<b>6</b>	<b>Ausspülen der Zuleitung mit Stickstoff</b>



Tragen Sie hier **ja** ein, wenn Sie im Anschluss an die Messung die Gasflasche abhängen möchten. Nach Ende der Analyse erfolgt dann eine kontrollierte Entlastung der Zuleitung über Hahn 1 mit anschließender Stickstoffspülung.

### 4.2.3 Erläuterungen zum Verlauf der Gasfluss- und Titrationskurve

Der in (siehe Kapitel 4.2.1, Seite 19) beschriebene Analysenablauf führt zu einem charakteristischen Verlauf der Gasfluss- und Titrationskurven. Die Phase der Probeneinleitung endet mit einem Abfallen des Gasflusses auf einen Wert nahe Null. Die Titrationsrate (Drift) folgt dieser Abnahme mit einer zeitlichen Verzögerung von ca. 10 Sekunden. Liegt der Gasfluss 6 Sekunden lang unterhalb eines, als Common Variable vorgegebenen Schwellenwertes, öffnet sich das Stickstoffventil und die Nachspülung beginnt.

Die Menge des in der Nachspülphase detektierten Wassers nimmt zu, wenn die Proben nichtflüchtige Komponenten enthalten, die im Verdampfer und im Ölfiler zurückbleiben. Während der Einleitphase bildet sich dann ein Verteilungsgleichgewicht zwischen Flüssig- und Gasphase aus, sodass sich am Ende der Einleitphase ein Teil des in der Probe enthaltenen Wassers noch im Leitungsweg der Apparatur befindet. Mit der Nachspülung wird das retardierte Wasser wieder ausgetragen. Hydrophile, nichtflüchtige Probenbestandteile wie beispielsweise die im Kältemittelbereich eingesetzten Glykolesteröle führen daher insbesondere während der Einleitphase zu einem Abflachen der Driftkurve, und damit verbunden zu einer Verlängerung der Analysenzeit. Generell gilt, dass die Mindesttitrationszeit (Extraktionszeit) über den Beginn der Nachspülphase hinausreichen muss, da sonst die Titration in der „Talsohle“ zwischen Einleitung und Nachspülung beendet wird. Die Extraktionszeit berechnet das Steuerprogramm nach folgender Formel:

$$t_e = \frac{60 \cdot (m + 1000\text{mg})}{v} + \frac{t_n \cdot m}{6000\text{mg}}$$

Abbildung 7 Formel zur Berechnung der Extraktionszeit

<b>te</b>	<b>Extraktionszeit</b>	<b>m</b>	<b>Mindestprobenmenge in mg</b>
<b>v</b>	<b>unter CV.mittlerer Massefluss gespeicherter Wert in mg/min</b>	<b>tn</b>	<b>unter CV.Zeit für Nachspülung eingetragener Wert in sec</b>

Der Standardwert der Common Variable **Zeit für Nachspülung** beträgt 3 Minuten. Benötigt eine Probe mehr Zeit für die Nachspülung, muss der Wert entsprechend erhöht werden.

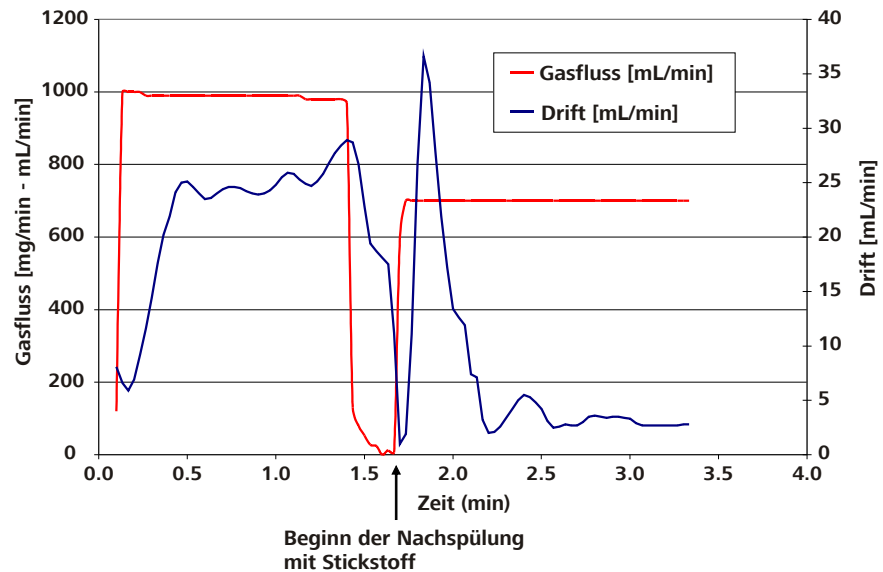


Abbildung 8 Typischer Verlauf der Gasflusskurve und Driftkurve

<b>Gastyp</b> Propen	<b>Probenmenge</b> 1.25 g
<b>Mindestprobenmenge</b> 0.5 g	<b>Verdampfer Temperatur</b> 70 °C

#### 4.2.4 Methode "Referenzmessung"

Die Richtigkeit der Analyse kann durch Messung von wasserdotierten Referenzgasen mit Hilfe der Methode **Referenzmessung** überprüft werden.

Kontrollgase sind mit zertifizierten Wassergehalten im Handel erhältlich.

Die Methode **Referenzmessung** greift auf die geräteinterne Stickstoffkalibrierung des Massendurchflussreglers zurück, d. h. sie liefert nur richtige Werte, wenn Stickstoff als Referenzgas eingesetzt wird. Der Ablauf der Referenzmessung ist identisch mit dem der **Probenmessung**. Das Ergebnis wird als prozentuale Wiederfindungsrate ausgegeben.

#### 4.2.5 Wechsel des Gastyps

Ist die Messung einer neuen Probe mit dem Wechsel des Gastyps verbunden, muss mit Hilfe der Methode **Einstellung Feinregelventil** die Durchflussrate des Feinregelventils auf die aktuelle Probe angepasst werden. Diese Methode setzt den Soll-Wert am MFC auf den maximalen Wert von 5 L/min und stellt den aktuellen Fluss unter Verwendung der geräteinternen Stickstoffkalibrierung graphisch dar. Um einen Druckanstieg im Nachdrosselbereich zu vermeiden, muss das Feinregelventil so eingestellt werden, dass dessen Verdampfungsrate kleiner als 5 L/min ist und der Soll-Wert am MFC nicht erreicht wird. Folgen Sie nach dem Start der Methode den Anweisungen der Textmeldungen und stellen Sie das Feinregelventil

so ein, dass der Gasfluss innerhalb der geforderten Grenzen liegt (Definition durch Common Variable).



#### HINWEIS

*Bitte beachten Sie:*

Diese Methode verwendet nicht den Kalibrierfaktor, der diesem Gastyp zugeordnet ist. Der angezeigte Massestrom bei der nachfolgenden Analyse kann daher erheblich von dem bei der Justierung des Feinregelventils eingestellten Wert abweichen.

### 4.2.6 Kalibrierung eines neuen Gastyps

Der Massendurchflussregler wird werkseitig auf Stickstoff kalibriert. Soll das Gerät mit einem anderen Gas betrieben werden, muss der Durchflusswert mit einem entsprechenden Faktor korrigiert werden. Die Ermittlung dieser Korrekturfaktoren erfolgt gravimetrisch, indem durch den MFC grössere Gasmengen geleitet und die Gewichtsabnahme des Gasbehälters verfolgt wird. Der Quotient aus angezeigtem Gasvolumen und der Gewichtsabnahme ergibt den Korrekturfaktor. Für die meisten Flüssiggase liegt dieser im Bereich zwischen 0.5 und 1.5 mL/mg. Die Korrekturfaktoren müssen für jeden einzelnen Durchflussregler mit Hilfe der Methode **Gas-kalibrierung** individuell ermittelt werden. Diese Methode speichert den Korrekturfaktor als Common Variable in der Konfiguration von **tiamo™**. Um eine ausreichend hohe Genauigkeit zu erreichen, sollte die Differenz des Probengewichtes mindestens drei signifikante Stellen betragen. Die verwendete Waage muss deshalb über eine entsprechende Auflösung und Maximalgewicht entsprechend der Gasbombengrösse verfügen. Zur Bestimmung des Kalibrierfaktors muss der Gasbehälter mit der zum Lieferumfang gehörenden, flexiblen Kunststoffkapillare (OD 1/16") an den 875 KF Gas Analyzer angeschlossen werden, da eine Stahlkapillare Schwingungen auf die Waage überträgt.

Für die Kalibrierungen sollte die Entnahme von Proben aus der Gasphase **Gaskalibrierung\_Gas** und nicht aus der Flüssigphase des Gasbehälters **Gaskalibrierung\_Flüssiggas** erfolgen, da der Strömungsverlauf wesentlich gleichförmiger ist, wenn die Verdampfung nicht im 875 KF Gas Analyzer erfolgt. Die Methode **Gaskalibrierung\_Flüssiggas** ist nur dann zu verwenden, wenn nach der Kalibration mit demselben Gasbehälter eine Wassergehaltsbestimmung durchgeführt werden muss.

Im Folgenden wird das Vorgehen bei der Ermittlung eines Kalibrierfaktors am Beispiel von Butadien Schritt für Schritt beschrieben:

- 1 In der Konfiguration von **tiamo™** im Unterfenster Common Variablen finden Sie die Korrekturfaktoren für Ihre bislang verwendeten Gase. Für neu hinzukommende Gase sind Vorlagen mit der Bezeich-



nung weiterer Gastyp  $x$  ( $x = 1$  bis 9) angelegt. Über **Bearbeiten** ► **Eigenschaften** werden die Common Variablen editierbar. Ersetzen Sie die Blanko Variable **weiterer Gastyp  $x$**  mit der niedrigsten Zahl  $x$  durch den Begriff Butadien.

Common Variable - weiterer Gastyp 4

Common Variable History

Name: weiterer Gastyp 4

Typ: Zahl

Wert: 1,0 mL/mg

Kommentar:

Zuweisungsdatum: 2012-03-12 15:28:00 UTC+1

Zuweisungsmethode: manuell

Anwender: Metrohm

Common Variable überwachen

Gültigkeitsdauer: 999 Tage

Nächste Zuweisung: 2014-12-06 ...

Meldung

Meldung per E-Mail E-Mail...

Akustisches Signal

Aktion

Meldung dokumentieren

Meldung anzeigen

Bestimmung abbrechen

OK Abbrechen

Common Variable - weiterer Gastyp 4

Common Variable History

Name: Butadien

Typ: Zahl

Wert: 1,0 mL/mg

Kommentar:

Zuweisungsdatum: 2012-03-12 15:28:00 UTC+1

Zuweisungsmethode: manuell

Anwender: Metrohm

Common Variable überwachen

Gültigkeitsdauer: 999 Tage

Nächste Zuweisung: 2014-12-06 ...

Meldung

Meldung per E-Mail E-Mail...

Akustisches Signal

Aktion

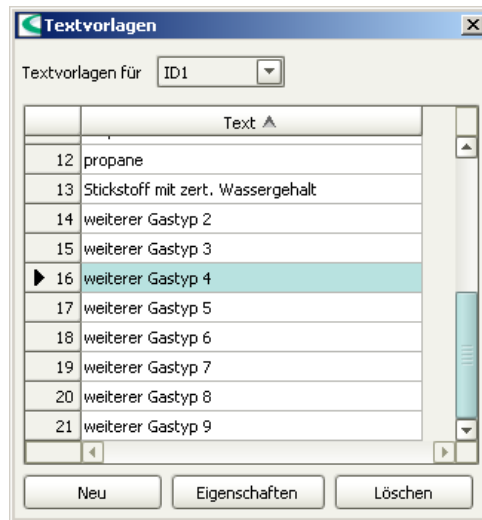
Meldung dokumentieren

Meldung anzeigen

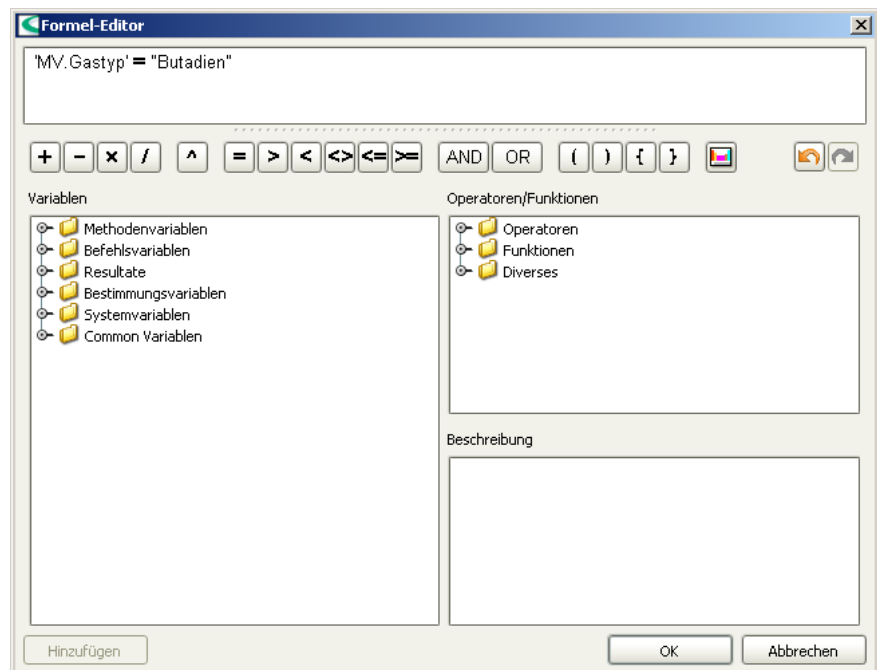
Bestimmung abbrechen

OK Abbrechen

- 2 Überschreiben Sie im Arbeitsplatz von **tiamo**<sup>TM</sup> unter **Extras ▶ Textvorlagen ▶ Textvorlagen für ID** ebenfalls die Textvorlage **weiterer Gastyp x** mit dem Namen Ihres Gastyps.

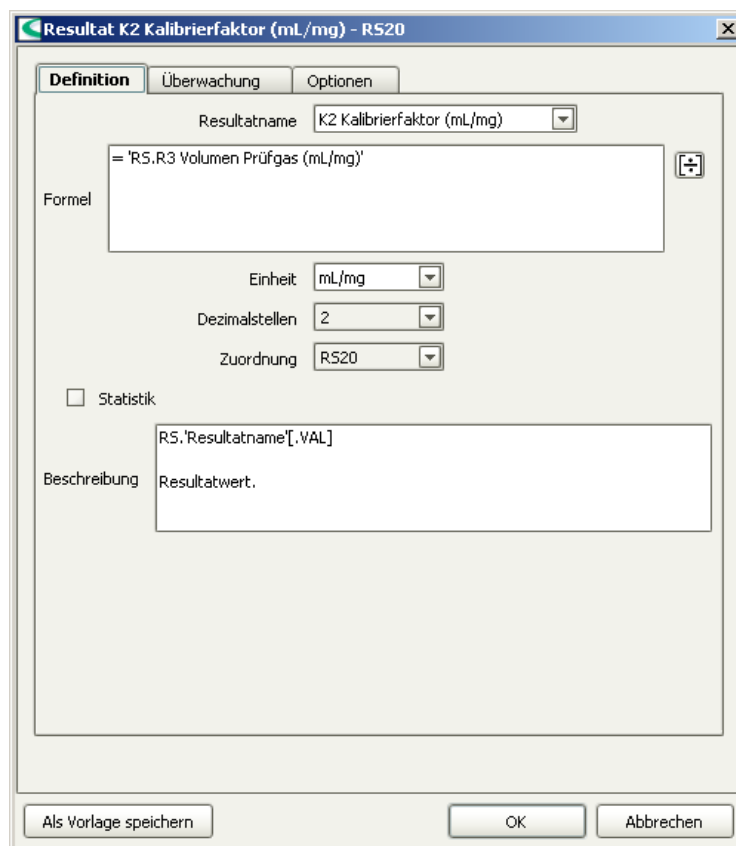
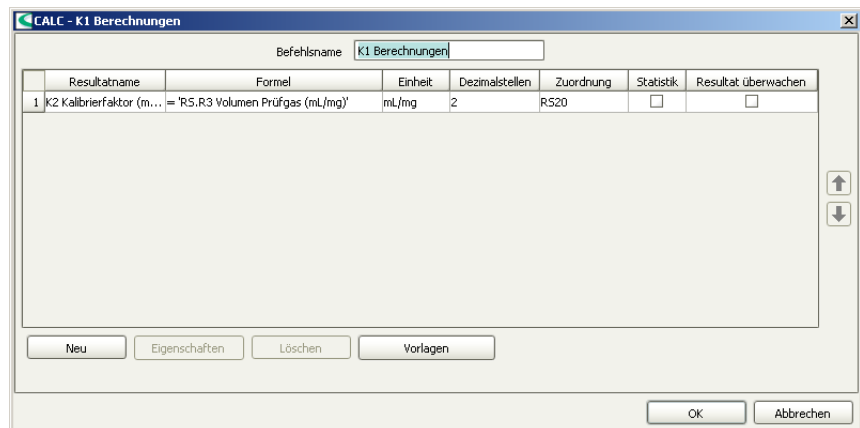


- 3 Öffnen Sie im Methodenteil von **tiamo**<sup>TM</sup> unter **Datei ▶ Öffnen** die Methode **Gaskalibrierung\_Flüssiggas**. Die Methode besteht aus von oben nach unten laufenden Spuren. Jede Spur ist mit einem Buchstaben gekennzeichnet. Von oben nach unten sind die einzelnen Befehle aufsteigend durchnummeriert. Suchen Sie den Befehl **R4 Aufruf** in der Exitspur. Durch Doppelklick wird der Befehl editierbar. Überschreiben Sie die erste Zeile, in der **weiterer Gastyp** steht, indem Sie die Zeile über Eigenschaften editieren. Durch Klick auf das Symbol ÷ öffnet sich der Formeleditor. Ersetzen Sie den in Hochkomma stehenden Begriff **weiterer Gastyp x** durch Butadien.



- 4 Editieren Sie den CALC-Befehl der Spur, auf die der zuvor geänderte Call-Befehl (im obigen Beispiel lautet der Spurname K weiterer Gastyp 4) verweist. Durch Doppelklick in die Berechnungszeile öffnet sich ein Unterfenster für die Resultateigenschaften. Klicken Sie auf die Registerkarte **Optionen**, wählen Sie als Common Variable Butadien aus

und speichern Sie anschliessend die Methode über **Datei ▶ Speichern**.



Resultat K2 Kalibrierfaktor (mL/mg) - R520

Definition Überwachung **Optionen**

**Resultat speichern als Common Variable**

Common Variable: Butadien

**Resultat speichern als Titer**

Lösungsname:

**Resultat speichern als Globale Variable**

Globale Variable:

Als Vorlage speichern OK Abbrechen

- 5 Laden Sie jetzt in der Proben­tabelle Ihres **tiamo™** Arbeitsplatzes die Methode **Gaskalibrierung\_Flüssiggas**. Wählen Sie die Bezeichnung des neu angelegten Gastyps aus und tragen Sie einen Zielwert für das Probengasvolumen ein (Empfohlener Bereich ca. 20 L). Bei diesem Wert handelt es sich um den mit der geräteinternen Stickstoffkalibrierung angezeigten Wert und nicht um das tatsächliche Gasvolumen Ihrer Probe. Der Wert sollte in etwa das 1.5-fache der Gasmenge (in Gramm) betragen, die Sie durch die Apparatur leiten möchten.

Zeile bearbeiten - Arbeitsprobentabelle - Arbeitsplatz Arbeitsplatz

Methode: Gaskalibrierung\_Flüssiggas

Gastyp: nitrogen

Bruttogewicht der Gasbombe vor Einleitung (g): 0

Bruttogewicht der Gasbombe nach Einleitung (g):

Zielwert Probengasvolumen (L): 25

Zeile: 1 von 15

Übernehmen Schliessen

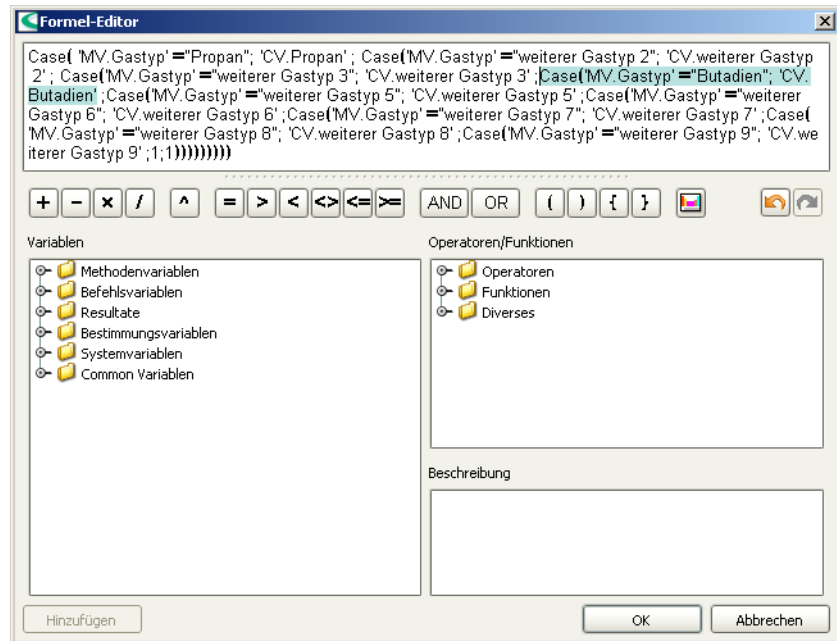
**Applikationsnotiz anzeigen**

- 6 Trieren Sie die Waage, und starten Sie die Methode. Nach Erreichen des Zielwertes erscheint eine Abfrage, in der die Gewichts­differenz

nach der Gaseinleitung einzutragen ist. Das Vorzeichen spielt dabei keine Rolle.

- 7 Überprüfen Sie, ob in der Konfiguration unter der entsprechenden Common Variable ein gültiger Wert steht.
- 8 Laden Sie im Methodenteil **tiamo**<sup>TM</sup> über **Datei ▶ Öffnen** die Methode **Probenmessung** und öffnen Sie den Befehl **A6 Berechnungen** durch Doppelklick.
- 9 Editieren Sie die Zeile **A7 Prüfung Gasvolumen** über Eigenschaften und öffnen Sie den Formeleditor durch Klick auf das Symbol  $\div$ . Es öffnet sich eine Wenn-Dann Abfrage (verschachtelte CASE-Funktion), in der zweimal hintereinander der weitere Gastyp x steht, den Sie durch Butadien ersetzt haben. Überschreiben Sie auch an dieser Stelle den Begriff weiterer Gastyp x mit Butadien und speichern Sie die Methode über **Datei ▶ Speichern**. Bei den nachfolgenden Analysen können Sie jetzt Ihren neuen Gastyp auswählen und die Methode rechnet automatisch mit dem richtigen Korrekturfaktor.

Resultatname	Formel	Einheit	Dezimalstellen	Zuordnung	Statistik	Resultat überwachen
1 A7 Prüfung Gasvolu...	=Case('Mv.Gastyp'="Propan"; 'CV.Pr...	ml/mg	2	keine	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2 A9 Extraktionszeit	=60*( 'Mv.Mindestmenge Probe (mg)' ...	sec	0	keine	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3 Status Probeventil	="offen"		0	keine	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4 A10 Aufheizzeit Ver...	= Case('A1 Frage Temperatur.Ofente...	min	0	keine	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5 Wartezeit	=0	sec	0	keine	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>



#### 4.2.7 Automatische Nachführung von Methanol, automatischer Reagenzwechsel (optionales Zubehör)

Der Analyt in der Coulometerzelle besteht in der Hauptsache aus Methanol, das in erheblichem Umfang durch das Probengas und Spülgas ausge­tragen wird. Der Füllstand der Vorlage nimmt daher unter normalen Betriebsbedingungen pro Stunde um etwa 8 mL ab. Um Störungen und Fehlmessungen zu vermeiden, muss das fehlende Methanol regelmässig nachgeführt werden. Dies kann manuell mit einer Spritze erfolgen. Alternativ kann der KF Gas Analyzer mit einer zum optionalen Lieferumfang gehörenden Dosiervorrichtung ausgerüstet werden, die Methanol zyklisch nachdosiert. Wie schnell der Füllstand abnimmt, hängt von der Zusam­mensetzung des Analyten sowie von dessen Temperatur ab. Es besteht die Möglichkeit, über die Methode **Nachdosierung Methanol** den Füllstand bei Bedarf zu erhöhen. Ein vollständiger Tausch des Analyten erfolgt mit Hilfe der Methode **Reagenzwechsel**.

#### 4.2.8 Lösungsmittelspülung (optionales Zubehör)

Wenn Flüssiggase nichtflüchtige Komponenten enthalten, scheiden diese sich im Leitungsweg des KF Gas Analyzers ab. Dies ist insbesondere bei gebrauchten Kältemitteln der Fall, die in der Regel mit Kompressorölen verunreinigt sind. Um zu verhindern, dass die Empfindlichkeit der Sensoren des Massendurchflussreglers durch solche Substanzen beeinträchtigt wird, befindet sich unterhalb des Verdampfers ein Ölfiler aus gesintertem Edel­stahl. Ein Eintrag grösserer Ölmengen führt jedoch zu einer messbaren Retardierung des Wassers im Leitungsweg und erhöht ausserdem den Strömungswiderstand des Ölfilters, da dessen Poren durch das Öl belegt

werden. Bei der Messung ölkontaminierter Proben muss daher von Zeit zu Zeit mit einem geeigneten Lösungsmittel gespült werden.

An das Spülmedium sind folgende Forderungen zu stellen:

- Es muss ein gutes Lösungsmittel für die nichtflüchtigen Rückstände sein.
- Es muss einen niedrigen Siedepunkt besitzen, da es nur durch Stickstoffspülung wieder aus dem Leitungssystem entfernt werden kann.

Für Ölverunreinigungen wird Petroleumbenzin mit einem Siedebereich zwischen 40 °C und 60 °C empfohlen. Die Dosierung des Spülmediums erfolgt mit Hilfe eines zum optionalen Lieferumfang gehörenden Dosierers. Das System kann über die Methode **Lösungsmittelspülung** gereinigt werden. Beim Spülen muss das Feinregelventil komplett geöffnet werden. Für nachfolgende Probenmessungen muss das Feinregelventil wieder auf die entsprechende Probe mit der Methode **Einstellung Feinregelventil** justiert werden.

### 4.3 QUICKSTOP Modul

Der rote Taster an der linken Gehäusesseite setzt alle an den I/O Controller angeschlossenen Module, z. B. Heizung, Ventile und potentialfreie Meldekontakte, auf ihren Default-Zustand (in der Regel ausgeschaltet) zurück.

Der Taster rastet ein und muss durch nochmaliges Drücken entriegelt werden.

Dosinos, Rührer und andere direkt am 851 Titrande angeschlossenen Geräte werden nicht beeinflusst. Sie müssen direkt in der Software gestoppt werden.

Wenn eine automatische Analyse läuft, kann in dieser **tiamo**<sup>TM</sup>-Methode der Quickstop-Modul-Eingang abgefragt werden. Dadurch können in dieser Methode auch die am 851 Titrande angeschlossenen Geräte gestoppt werden.



des Systems auf Lecks. Wenn Leckagen festgestellt werden, so sind diese sofort zu beheben, um Schäden am Gerät zu verhindern.

Besteht die Notwendigkeit bei der Analytik von Flüssiggasen mit nicht-flüchtigen Komponenten den Ölfilter periodisch zu reinigen, wird besonders die Option **Lösungsmittelspülung** (siehe Kapitel 4.2.8, Seite 32) empfohlen. Durch die automatisierte Spülung sind keine mechanischen Arbeiten am gasführenden System erforderlich. Das Risiko von Leckagen kann dadurch ausgeschlossen werden. Wird der Filter manuell gereinigt, sollte nach dem Wiedereinsetzen, wie nach allen Änderungen am Gassystem, eine Dichtheitskontrolle erfolgen.



#### HINWEIS

Das Rückschlagventil der Stickstoffzuleitung, welches zur Absicherung einer Fehlbedienung dient, muss mindestens jährlich einer Funktionsprüfung unterzogen werden. Es muss geprüft werden, ob für die Stickstoffversorgung ein zusätzliches Rückschlagventil erforderlich ist.

## 5.2 Wartung durch Metrohm-Service

Die Wartung des 875 KF Gas Analyzer erfolgt am besten im Rahmen eines jährlichen Services, der vom Fachpersonal der Firma Metrohm ausgeführt wird. Wenn häufig mit ätzenden und korrosiven Chemikalien gearbeitet wird, empfehlen wir ein kürzeres Wartungsintervall.

Metrohm-Service bietet jederzeit fachliche Beratung zu Wartung und Unterhalt aller Metrohm-Geräte.



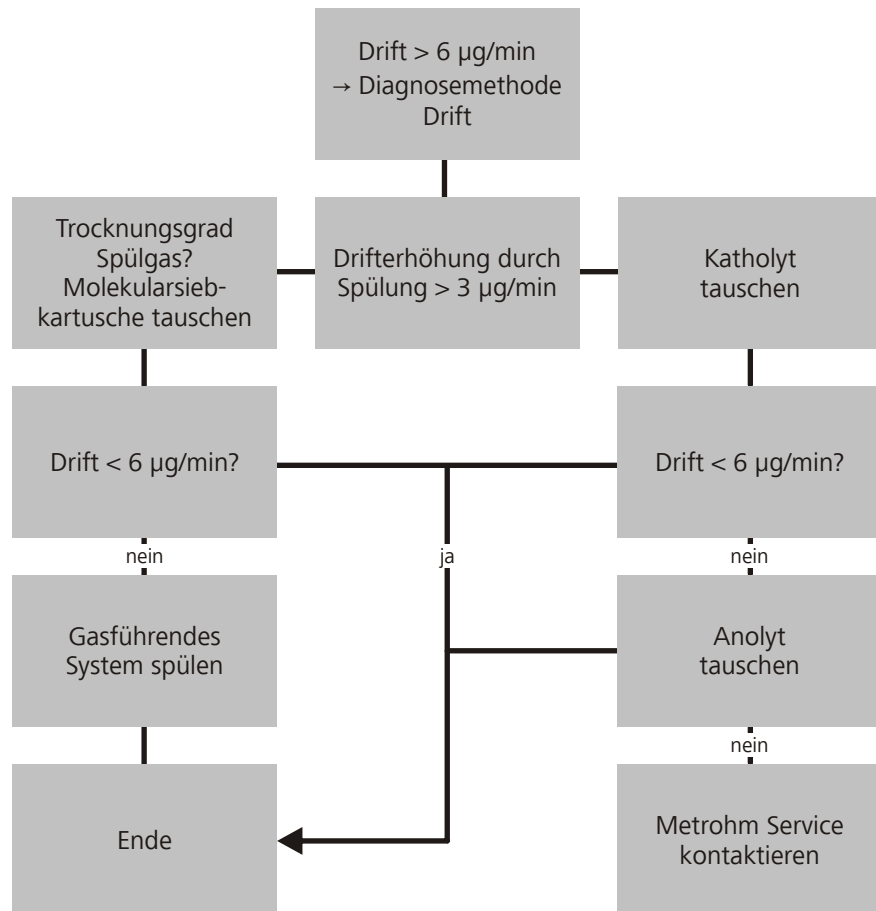


Abbildung 9 Systematisches Vorgehen bei der Suche nach der Ursache von Drifterhöhungen



## 7 Technische Daten

### 7.1 Temperaturbereiche

*Verdampfungs-  
ofen und Ölfilter* maximal 80 °C

### 7.2 Druckbereiche

*Eingangsdruck* maximal 40 bar

### 7.3 Netzspannung

*Nennspannungs-  
bereich* 110 V bzw. 230 V am Netzteil einstellbar

*Frequenz* 50 bzw. 60 Hz

*Leistungsauf-  
nahme* maximal 2200 W

*Sicherung* 10 ATH (träge)

### 7.4 Abmessungen

#### *Analysenmodul*

*Breite* 670 mm

*Höhe* 600 mm

*Tiefe* 470 mm

#### *Bedieneinheit* Werte in Klammer mit Standfuss.

*Breite* 440 mm (550 mm)

*Höhe* 433 mm (433 mm)

*Tiefe* 95 mm (450 mm)

## 7.5 Gewichte

<i>Analysenmodul</i>	56.0 kg
<i>Bedieneinheit</i>	21.7 kg



# Index

## A

Abgasleitung .....	14
Ablauf .....	19
Abzug .....	6, 10
Anschliessen	
Stromnetz .....	11
Arbeitsschritte .....	22
Aufbau .....	16, 17

## D

Dokumentation .....	3
Druckbereich .....	38

## E

Eingangsdruck .....	2
Elektroden .....	15
Elektrostatische Aufladung .....	6
Extraktionszeit .....	23

## F

Flüssiggase .....	1, 2
-------------------	------

## G

Gasfluss .....	21
----------------	----

## H

Hochdruckabgas .....	14
----------------------	----

## K

Kalibrierung .....	25
Kennwort .....	14

## L

Laborplatz .....	10
------------------	----

## M

Massendurchflussregler .....	2
Metrohm-Service .....	35
Molekularsieb .....	2, 11, 14, 34

## N

Netzanschluss .....	11, 12
Netzspannung .....	6, 38

## P

Permanentgase .....	1, 2
Pflege .....	34
Probe .....	14, 19
Probenmessung .....	19

Probentabelle .....	22
---------------------	----

## S

Schutzausrüstung .....	34
Service .....	5
Sicherheitshinweise .....	4, 6
Steuerleitung	
Anschliessen .....	12
Stickstoff .....	14
Stilllegung .....	15

## T

Temperaturbereich .....	38
-------------------------	----

## V

Verdampfungstemperatur .....	2
------------------------------	---

## W

Wassergehaltsbestimmung	
Karl Fischer .....	1