

Manual de instrucciones

HS 55 (Batch)

Sistema de Hg/Hidruro

Sistema HydrEA



Fabricante	Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Strasse 1 07745 Jena / Alemania Teléfono: +49 3641 77 70 Fax: +49 3641 77 9279 E-Mail: info@analytik-jena.com
------------	--

Servicio técnico	Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Strasse 1 07745 Jena / Alemania Teléfono: +49 3641 77 7407 Fax: +49 3641 77 9279 E-Mail: service@analytik-jena.com
------------------	--



Para una utilización adecuada y segura, seguir estas instrucciones. Conservar para consultas posteriores.

Información general	http://www.analytik-jena.com
---------------------	---

Número de documentación	/
-------------------------	---

Edición	D (11/2022)
---------	-------------

Documentación técnica	Analytik Jena GmbH+Co. KG
-----------------------	---------------------------

© Copyright 2022, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Índice

1	Información básica	5
1.1	Acerca de este manual	5
1.2	Uso previsto	6
2	Seguridad.....	7
2.1	Símbolos de seguridad del equipo	7
2.2	Requisitos del personal	8
2.3	Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento.....	8
2.4	Indicaciones de seguridad para el funcionamiento	8
2.4.1	Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios	9
2.4.2	Indicaciones de seguridad electrónica	9
2.4.3	Instrucciones de seguridad para el funcionamiento de los contenedores y sistemas de gas comprimido..	10
2.4.4	Manejo de materiales de trabajo y auxiliares	10
2.5	Indicaciones de seguridad sobre mantenimiento y reparación.....	11
2.6	Comportamiento en caso de emergencia.....	12
3	Funcionamiento y montaje	13
3.1	Funcionamiento y principio de medición	13
3.2	Estructura	14
3.2.1	Bomba de manguera	17
3.2.2	Módulo batch.....	17
3.2.3	Grupo de cuatro válvulas para el control del gas	18
3.2.4	Hg Plus Upgrade Modul (opcional)	18
3.2.5	Placa de características.....	19
3.3	Medición	19
4	Instalación y puesta en marcha.....	21
4.1	Instalación de la tecnología de vapor en frío hidruro/Hg	21
4.1.1	Instalación de la unidad de cubetas.....	21
4.1.2	Instalación del sistema de hidruro/Hg en el AAS	25
4.1.3	Cambio entre los modos de operación	28
4.2	Reequipar Hg Plus Upgrade Modul	29
4.3	Instalación de la tecnología HydrEA	31
4.3.1	Preparación del sistema de análisis para la tecnología HydrEA	31
4.3.2	Recubrimiento de tubo de grafito.....	32
4.3.3	Instalación del sistema de hidruro/Hg en el AAS	33
4.3.4	Ajuste del automuestreador grafito con la cánula de titanio	35
5	Manejo.....	36
5.1	Fabricación de suministros y estándares.....	36
5.2	Encendido y apagado del equipo	38
6	Mantenimiento y cuidado	39
6.1	Tareas de mantenimiento.....	39
6.2	Cambio de fusibles.....	39
6.3	Limpieza de la cubeta y la mirilla de la cubeta	40
6.4	Comprobación de la manguera y el interruptor de la bomba	41

6.5	Comprobación y cambio de la junta de brida en el módulo batch	42
6.6	Reemplazo del tubo flexible de secado	42
6.7	Cambiar colector de oro	42
6.8	Esperar la tecnología de HydrEA.....	43
6.8.1	Limpieza del tubo de grafito recubierto	43
6.8.2	Evaporar la capa de iridio u oro	44
7	Eliminación de errores.....	45
8	Transporte y almacenamiento	46
8.1	Transporte.....	46
8.1.1	Preparar el equipo para el transporte	46
8.1.2	Recolocación del equipo en el laboratorio	47
8.1.3	Restablecer dispositivo en el caso de servicio	47
8.2	Almacenamiento.....	48
9	Desechado	49
10	Especificaciones.....	50
10.1	Datos técnicos	50
10.2	Normas y directivas	51
11	Resumen de la revisión	52

1 Información básica

1.1 Acerca de este manual

Contenido

Las instrucciones de uso describen el sistema de hidruro/Hg HS 55.

El equipo ha sido concebido para ser utilizado por personal cualificado tomando en consideración este manual de instrucciones.

Las instrucciones de uso informan sobre el montaje y funcionamiento del equipo y proporciona al personal de servicio los conocimientos necesarios para manejar este equipo y sus componentes de forma segura. Las instrucciones de uso ofrecen además indicaciones para el mantenimiento y cuidado del equipo, así como indicaciones sobre posibles causas de averías y su solución.

Normas

Las instrucciones de manejo están recopiladas cronológicamente en unidades.

Las advertencias están señalizadas con un triángulo de advertencia y una palabra clave. Se indican el tipo y la fuente del peligro, así como sus consecuencias y cómo evitarlo.

Los elementos del programa de control y evaluación están representados de la siguiente manera:

- Los términos del programa están marcados en negrita (p. ej. menú **System**).
- Los puntos del menú están separados por una raya vertical (p. ej., **System** | **Device**).

Símbolos y palabras clave utilizados

En el presente manual se utilizan los siguientes símbolos y palabras clave para la indicación de peligros y/o indicaciones. Las advertencias de seguridad se encuentran siempre delante de una acción.



ADVERTENCIA

Avisa de una posible situación peligrosa, que puede conllevar la muerte o lesiones graves (cortes en extremidades).



PRECAUCIÓN

Avisa de una posible situación peligrosa que puede conllevar lesiones leves o moderadas.



AVISO

Advierte sobre posibles daños materiales o ambientales.

1.2 Uso previsto

El sistema de hidruro/Hg solo se puede usar junto con un espectrómetro de absorción atómica de Analytik Jena.

El equipo y sus componentes solo pueden utilizarse para los análisis descritos en el manual de usuario. Solo este uso se considera como previsto y garantiza la seguridad del usuario y del equipo.

2 Seguridad

Para su propia seguridad y para garantizar un funcionamiento seguro y sin averías del equipo, lea cuidadosamente este capítulo antes de la puesta en marcha del equipo.

Siga todas las instrucciones de seguridad que figuran en el manual de usuario, así como todos los mensajes y notas que aparecen en la pantalla del software de control y evaluación.

2.1 Símbolos de seguridad del equipo

En el equipo se encuentran símbolos de advertencia y prohibición cuyo significado se tiene que respetar obligatoriamente.

La ausencia de los símbolos de advertencia y prohibición puede ocasionar un manejo equivocado y provocar daños personales y materiales. Las señales no se deben retirar. Los símbolos de advertencia y prohibición dañados se deben sustituir inmediatamente.

Los siguientes símbolos de advertencia y de prohibición se encuentran en el equipo:

Símbolo de advertencia	Significado	Comentario
	Advertencia ante un punto peligroso	En la conexión de calefacción de cubetas: Advertencia frente a una tensión eléctrica peligrosa. Enchufe y desenchufe el cable de conexión solo cuando el equipo esté apagado.
	Advertencia de superficie caliente	En la cubierta de equipo roja: En el Hg Plus Upgrade Modul (opcional) existe riesgo de quemadura en el horno. Antes de abrir la tapa, deje enfriar el módulo.
Señal de advertencia "Precaución caliente"	Advertencia de superficie caliente	En la calefacción de la cubeta: En la calefacción de la cubeta hay riesgo de quemaduras. En funcionamiento, mantenga la distancia de seguridad.
Señales de mando / símbolos de aviso	Significado	Comentario
	Antes de montar o desmontar y abrir el enchufe de alimentación del dispositivo.	En el interruptor de encendido / entrada de la red: Antes de la instalación o desmontaje, además de abrir el dispositivo, apague el dispositivo y tire del enchufe de la red de la conexión de la red eléctrica.
	Solo para la República Popular China	El equipo contiene sustancias reglamentadas. Analytik Jena GmbH+Co. KG garantiza que, si el equipo se utiliza según lo previsto, no se producirán filtraciones de estas sustancias en los próximos 25 años.

2.2 Requisitos del personal

El equipo solo debe ser utilizado por personal técnico cualificado que haya sido instruido en el manejo del equipo. La instrucción incluye transmitir las instrucciones del usuario y las instrucciones del usuario de los componentes del sistema conectados. Recomendamos la formación por parte de empleados cualificados de la empresa o sus representantes de Analytik Jena.

Además de las indicaciones de seguridad de este manual, es necesario respetar las disposiciones generales de seguridad y prevención de accidentes vigentes del país donde se utilice. El estado actual de este código debe verificarlo la entidad explotadora.

El manual de usuario debe estar accesible para el personal de mantenimiento y aplicación.

2.3 Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento

La instalación deficiente puede provocar graves daños. Puede producirse una descarga eléctrica.

- La instalación y la puesta en marcha del equipo y de sus componentes del sistema solo puede llevarla a cabo el servicio técnico de Analytik Jena GmbH+Co. KG o personal especializado autorizado y formado por la empresa.
- Los trabajos de instalación y montaje por cuenta propia están terminantemente prohibidos.

Para evitar lesiones, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y cargar) en el laboratorio:

- El dispositivo no tiene asas de transporte. Para el transporte, sujete el equipo firmemente con ambas manos por la parte inferior y levántelo.
- Asegúrese de que el dispositivo esté completamente vacío. Enjuague bien las mangueras de bombeo y dosificación para que no puedan gotear solución reductora. La solución es corrosiva y perjudicial de dañar y ataca la ropa.
- Retire la botella de almacenamiento para reducir los agentes reductores. Escurra la botella antes del transporte.
- Existe peligro de lesión por piezas no aseguradas apropiadamente. Durante el transporte es necesario asegurar los componentes del equipo de acuerdo con lo dispuesto en las instrucciones de uso.
- ¡Peligro de daños a la salud debido a una descontaminación inadecuada! Realice y documente una descontaminación apropiada antes de devolver el equipo a Analytik Jena. El protocolo de descontaminación le será entregado por el servicio técnico cuando notifique la devolución. Si no se cumple el protocolo de descontaminación no se aceptará el equipo. El remitente puede ser responsable de los daños causados por la descontaminación insuficiente del equipo.

2.4 Indicaciones de seguridad para el funcionamiento

La entidad explotadora del equipo está obligada a garantizar antes de cada puesta en marcha el correcto estado del aparato, incluyendo todas las instalaciones de seguridad. Esto se aplica especialmente después de cada modificación, ampliación o reparación del equipo.

Observe las siguientes indicaciones:

- El equipo solo se debe poner en marcha cuando todas las instalaciones de seguridad (p. ej., cubiertas de piezas electrónicas) estén presentes, instaladas reglamentariamente y funcionen correctamente.
- Es necesario comprobar regularmente el estado correcto de las instalaciones de seguridad y protección. Se deben resolver inmediatamente posibles defectos.
- Las instalaciones de seguridad y protección no se deben retirar nunca durante el funcionamiento ni se deben modificar o poner fuera de servicio.
- Durante el funcionamiento es necesario garantizar, en todo momento, la accesibilidad al interruptor de red situado en la pared lateral derecha.
- Las modificaciones y ampliaciones en el equipo solo se podrán llevar a cabo de acuerdo con Analytik Jena. Las modificaciones no autorizadas pueden limitar la seguridad del funcionamiento del equipo, así como la garantía y el acceso al servicio técnico.
- Las instalaciones de ventilación del equipo tienen que estar en perfecto estado. Las rejillas y las rendijas de ventilación tapadas pueden dar lugar a fallos de funcionamiento o pueden dañar el aparato.
- La unidad de cubetas está muy caliente durante la operación. No se deben tocar las piezas calientes durante o justo después del funcionamiento del aparato. Tener en cuenta los tiempos de refrigeración hasta llegar a temperatura ambiente (mín. 1 h).
- Mantenga los materiales inflamables lejos de la unidad de la cubeta.
- El colector de oro (Hg Plus Upgrade Modul, opcional) también se calienta mucho durante el funcionamiento. Solo abra la tapa roja del equipo después de enfriarse el módulo.
- Atención al tratar con piezas de vidrio. Existe peligro de rotura y, por tanto, peligro de lesiones.
- Durante el funcionamiento existe peligro de aplastamiento en la bomba de manguera. Los cabellos largos y la ropa ancha pueden quedar atrapados e introducirse en la bomba. Utilice una redcilla apropiada, así como ropa ceñida al cuerpo.

2.4.1 Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios

El equipo no puede ponerse en funcionamiento en entornos con peligro de explosión.

¡Está prohibido fumar o trabajar con fuego abierto en la sala de funcionamiento del equipo!

2.4.2 Indicaciones de seguridad electrónica

En el aparato se producen tensiones eléctricas perjudiciales para la salud. El contacto con componentes con tensión puede provocar la muerte, lesiones graves o conmociones dolorosas por la electricidad del equipo.

- El enchufe de conexión solo se puede conectar a un enchufe conforme a las normas para garantizar la clase de protección (conexión de tierra de seguridad) del aparato. El equipo solo debe conectarse a fuentes de alimentación, cuya tensión nominal coincida con la tensión indicada en la placa de identificación. Asegúrese de que el cable de alimentación extraíble de la unidad no sea sustituido por un cable de alimentación de tamaño inadecuado (sin conductor de protección a tierra). No se permite ninguna extensión de la línea de alimentación.
- El módulo básico y los componentes del sistema solo pueden conectarse a la red eléctrica cuando están apagados.
- Los cables de conexión eléctrica entre el módulo base y los componentes del sistema solo pueden conectarse o desconectarse cuando el sistema está apagado.

- ¡Antes de abrir el aparato, hay que desconectarlo con el interruptor de red y sacar el enchufe de la toma de corriente!
- Todos los trabajos en el sistema electrónico del analizador solo deben ser realizados por el servicio técnico de Analytik Jena y por técnicos especialmente autorizados.

2.4.3 Instrucciones de seguridad para el funcionamiento de los contenedores y sistemas de gas comprimido

- Los gases de funcionamiento se toman de los contenedores de gas comprimido o de las plantas locales de gas comprimido. Los gases de operación deben tener la pureza requerida.
- Los trabajos en los recipientes o instalaciones de gas comprimido solo deben ser llevados a cabo por personas con conocimientos especiales y expertas en el manejo de instalaciones de gas comprimido.
- Las mangueras de presión y los manorreductores solo se pueden utilizar para los gases clasificados.
- Las conexiones, mangueras, atornilladuras y manorreductores para el oxígeno deben mantenerse libres de grasa.
- Las conexiones, mangueras y atornilladuras deben comprobarse regularmente por si presentaran zonas no herméticas o daños evidentes en el exterior. Las zonas no herméticas y los daños deben repararse de inmediato.
- Antes de los trabajos de inspección, mantenimiento y reparación es necesario cerrar el suministro de gas.
- Después de la reparación y el mantenimiento de los componentes del recipiente y/o instalación de gas comprimido es necesario comprobar el estado de funcionamiento del aparato antes de volver a ponerlo en marcha.
- ¡Se prohíbe realizar trabajos de instalación y montaje por cuenta propia!

2.4.4 Manejo de materiales de trabajo y auxiliares

La entidad explotadora se responsabiliza de la selección de las sustancias utilizadas en el proceso, al igual que de un manejo seguro de estas. Esto atañe, en especial, a sustancias radioactivas, infecciosas, venenosas, corrosivas, inflamables, explosivas o peligrosas de cualquier manera.

Al manejar sustancias peligrosas, hay que respetar la normativa local vigente sobre seguridad y las normas establecidas en las hojas de datos de seguridad del fabricante de los materiales auxiliares y de trabajo.

- El equipo solo debe ponerse en funcionamiento con una unidad extractora activa. Siempre asegúrese de una buena ventilación de la habitación en los espacios de trabajo.
- Los trabajos de limpieza con ácido fluorhídrico deben realizarse en un extractor. Al trabajar con ácido fluorhídrico, debe utilizar un delantal de goma, guantes y una máscara facial.
- Al realizar mediciones en materiales que contengan cianuro, hay que garantizar que en la botella de residuos no se pueda formar ácido cianhídrico.

Al tratar reactivos es necesario llevar por regla general unas gafas y guantes de protección.

- El borohidruro de sodio (NaBH_4) y el hidróxido de sodio (NaOH) son muy corrosivos, higroscópicos y, en solución, extremadamente agresivos.

Al reaccionar el borohidruro de sodio con la solución de la muestra ácida se libera hidrógeno. No se debe permitir que se formen mezclas calientes y explosivas de aire e hidrógeno en la cubeta. La conducción del gas del recipiente de reacción hasta la salida de la cubeta ha de mantenerse libre de oxígeno. Para ello, tome las siguientes medidas:

- Cerrar siempre la cubeta con las ventanas estancas al gas. Incluso con pequeñas grietas o daños a las caras del extremo, reemplace la cubeta.
- Llevar el gas desde la salida de la cubeta hasta el dispositivo extractor.

Observe las siguientes indicaciones:

- El operador es responsable de asegurar que se lleve a cabo una descontaminación apropiada si el equipo se ha contaminado externa o internamente con sustancias peligrosas.
- Elimine las salpicaduras, gotas o grandes cantidades de líquido con un material absorbente como el algodón, las toallitas de laboratorio o la celulosa.
- En caso de contaminación biológica, limpie las zonas afectadas con un desinfectante adecuado, como, por ejemplo, la solución Incidin Plus. Luego seca las áreas limpias.
- La carcasa solo es apta para la desinfección por frotamiento. Si el desinfectante tiene un cabezal de pulverización, aplique el desinfectante en paños adecuados. Cuando use material infeccioso trabaje con especial cuidado y orden, ya que el equipo no se puede descontaminar en su totalidad.
- Antes de utilizar un proceso de descontaminación y limpieza distinto del indicado por el fabricante, póngase en contacto con el mismo para aclarar si el proceso previsto daña o no el equipo. Las etiquetas de seguridad adheridas al dispositivo no deben ser mojadas con metanol.

2.5 Indicaciones de seguridad sobre mantenimiento y reparación

El mantenimiento del equipo debe ser realizado por el servicio técnico de Analytik Jena o por personal formado y autorizado por la empresa.

Los trabajos de mantenimiento realizados por cuenta propia pueden dañar el equipo. Por lo tanto, el operador solo puede llevar a cabo las actividades enumeradas en el manual del usuario, en el capítulo "Mantenimiento y cuidado".

- Solo use un paño ligeramente humedecido y sin goteo para limpiar el exterior del equipo. Para ello solo utilizar agua y, dado el caso, agentes tensioactivos habituales en el mercado.
- Los trabajos de mantenimiento y reparación del equipo solo podrán realizarse cuando esté apagado (a menos que se describa lo contrario).
- El suministro de gas debe ser desconectado antes de los trabajos de mantenimiento y reparación (a menos que se describa lo contrario).
- Se dejará que el equipo se enfríe suficientemente antes de llevar a cabo los trabajos de mantenimiento y la sustitución de los componentes del sistema.
- Utilice únicamente piezas de repuesto originales, piezas de desgaste y materiales de consumo. Estos están comprobados y garantizan un funcionamiento seguro. Las piezas de vidrio son piezas de desgaste y no están sujetas a garantía.
- Todos los dispositivos de protección deben ser reinstalados correctamente y se debe comprobar su correcto funcionamiento después de la finalización de los trabajos de mantenimiento y reparación.

2.6 Comportamiento en caso de emergencia

- Si no existe un peligro inmediato de lesiones, en situaciones de peligro o en caso de accidente, apague el aparato y los componentes del sistema conectados en el interruptor de la red eléctrica inmediatamente si es posible y/o saque los enchufes de la red eléctrica de las tomas de corriente.
- Tras el apagado de los equipos, cerrar el suministro de gas lo más rápido posible.

3 Funcionamiento y montaje

3.1 Funcionamiento y principio de medición

Tecnología de hidruro

La tecnología de hidruro permite la determinación, sin matrices, de los elementos As; Bi; Sb; Se; Sn; Te. Se basa en la formación de hidruros metálicos gaseosos mediante reducción de las muestras ácidas con borohidruro de sodio NaBH_4 . El gas portador y el hidrógeno liberado transportan los hidruros metálicos hacia la cubeta de cuarzo. Allí se descomponen gradualmente por procesos de impacto con las partículas de gas y la pared del vidrio a temperaturas de 850 ... 950 °C. Los átomos de metal libre absorben la radiación primaria en la línea de resonancia.

Mediante la tecnología de hidruro se pueden excluir prácticamente las interferencias espectrales, ya que únicamente accede al atomizador el elemento a determinar como hidruro metálico gaseoso.

Tecnología de vapor frío

Con la tecnología de vapor frío se determina mercurio. Como agente reductor además del borohidruro de sodio NaBH_4 también se utiliza cloruro de estaño SnCl_2 . En la reacción con la solución de la muestra ácida se forma vapor de Hg atómico que el gas portante argón transporta hasta la cubeta Hg. Los átomos Hg libres absorben la radiación primaria en la línea de resonancia. El calentamiento de la cubeta de la temperatura ambiente a 150 °C reduce los fallos del fondo mediante humedad.

Tecnología HydrEA

La tecnología HydrEA combina la tecnología de hidruro, es decir, la tecnología Hg-de vapor frío con la tecnología de tubo de grafito. Se utiliza para la determinación selectiva altamente sensible de los elementos formadores de hidruros As; Bi; Sb; Se; Sn; Te o Hg con el horno de tubo de grafito.

El sistema de hidruro/Hg produce los hidruros metálicos gaseosos o el vapor Hg atómico. El automuestreador de grafito (AS-GF) transfiere los analitos con el gas portador argón al horno de tubo de grafito. Allí, los hidruros metálicos se acumulan en el tubo estándar recubierto de iridio para la atomización de la pared a una temperatura de precalentamiento de 300 °C. Estas se descomponen en el proceso. A una temperatura de 2100 °C los átomos metálicos unidos se vuelven a atomizar. La nube de vapor de átomos absorbe la radiación primaria en la línea de resonancia.

El vapor atómico de Hg se acumula en el tubo estándar recubierto de oro a 65 °C. A una temperatura de 950 °C los átomos Hg se vuelven a atomizar.

Visión general de sistemas de hidruro/Hg

sistema de hidruro/Hg	Alcance funcional
HS 50	Sistema batch más sencillo con principio de funcionamiento neumático. La llama de aire-acetileno calienta la cubeta de cuarzo.
HS 55	Sistemas batch con unidad de cubeta calentada eléctricamente. El usuario llena manualmente la solución de muestra en el recipiente reactor del sistema de hidruro/Hg. La solución de agente reductor se medía automáticamente con una bomba de man- guera de 1 canal.

sistema de hidruro/Hg	Alcance funcional
HS 60	sistema de hidruro/Hg para funcionamiento con inyección de flujo con una unidad de cubeta calentada eléctricamente La solución de agente de muestra y reducción, ácido y residuos se transporta mediante bombas de manguera en el sistema. Los automuestreadores AS-F y AS-FD pueden alimentar las soluciones de muestra de forma totalmente automática al sistema de hidruro/Hg.

Todos los sistemas de hidruro/Hg permiten la determinación de los elementos formadores de hidruro y mercurio con hidruro y tecnología de vapor frío.

Puede ampliar el alcance funcional de los sistemas de hidruro/Hg HS 55 y HS 60 con los siguientes accesorios y módulos.

Módulo	Alcance funcional
Cubeta Hg (tulipán):	Cubeta en forma de tulipán para una mayor sensibilidad en la determinación de Hg
Hg Plus Upgrade Modul	Enriquecimiento de mercurio en un colector de oro para análisis de ultratrazas
HydREA Upgrade Kit	Acoplamiento de los sistemas de hidruro/Hg con el tubo de grafito-AAS para el análisis de ultratrazas de los elementos formadores de hidruro y mercurio La alimentación de la muestra al AAS debe realizarse con un automuestreador AS-GF.

Puede ampliar estos accesorios y módulos a mano.

3.2 Estructura

El sistema de hidruro/Hg consiste en un módulo básico, el módulo funcional y un módulo de enriquecimiento de mercurio opcional. Los tres módulos están colocados unos encima de otros y conectados eléctricamente a través de un conector de varias entradas.

El sistema de hidruro/Hg se puede usar en los siguientes dispositivos AAS:

- ZEE nit 700 P, ZEE nit 700 Q, ZEE nit 650 P
- Serie contrAA 800
- Serie novAA 800, novAA 350i

Para obtener información sobre el uso de los sistemas de hidruro/Hg en modelos AAS más antiguos de Analytik Jena, póngase en contacto con el servicio de atención al cliente.

Consulte las instrucciones de los aparatos AAS para obtener información detallada sobre la configuración de los aparatos AAS y la realización de análisis.



Fig. 1 sistema de hidruro/Hg con aparato AAS

En la placa frontal del módulo funcional batch se encuentran todos los componentes funcionales relevantes:

- Bomba de manguera de un canal para transportar el agente reductor
- Módulo batch como unidad de reacción
- Botón pulsador para iniciar el proceso de medición.

Aquí también está la manguera de bombeo. El usuario puede acceder fácilmente a ella para cambiarla. El trazado de la línea de color en la placa frontal marca la colocación de los tubos y facilita así los trabajos de mantenimiento.



Fig. 2 Vista frontal con grupos de edificios principales.

- | | |
|--|---------------------------------|
| 1 Módulo batch con recipiente reactor. | 2 Bomba de manguera de un canal |
| 3 Botón pulsador "Start" | 4 Módulo básico |

En el interior del módulo funcional se encuentra el grupo de cuatro válvulas para el suministro de gas. En el lado derecho del aparato está colocada, en una sujeción, la botella de provisión para el agente reductor. Aquí también se encuentran las conexiones eléctricas.

El módulo de enriquecimiento de mercurio opcional está insertado desde arriba en el módulo funcional y está conectado con este eléctricamente. La colocación de los tubos se realiza hacia el marco del módulo funcional y desde este hacia la placa frontal. Si cambia de modo de funcionamiento "Hydride (batch)"/"Hg without enrichment (batch)" y "Hg with enrichment (batch)" solo tiene que cambiar las mangueras de la placa frontal.

Introduzca manualmente la muestra en el sistema de hidruro/Hg. Para ello, pipetee un volumen de 1 ... 20 ml en el recipiente reactor y sujételo de forma estanca al cabezal del módulo de lotes con un ligero movimiento de rotación.

Después de iniciar el análisis, la bomba de manguera de 1 canal dosifica automáticamente el agente reductor en el recipiente reactor. La rápida y, en parte, fuerte reacción libera hidruro metálico gaseoso o vapor de Hg atómico. El hidrógeno se forma como subproducto durante la reacción con NaBH_4 .

El argón sirve como portador de gas y gas de purga. El flujo de argón transporta los productos de reacción directamente al aparato AAS o para el enriquecimiento de Hg a través de un colector de oro. El mercurio enriquecido se libera al eliminar el colector de oro y transportarse al atomizador por un flujo de argón conectado directamente.

Retire el recipiente reactor después del proceso de medición, enjuáguelo y vuélvalo a llenar.

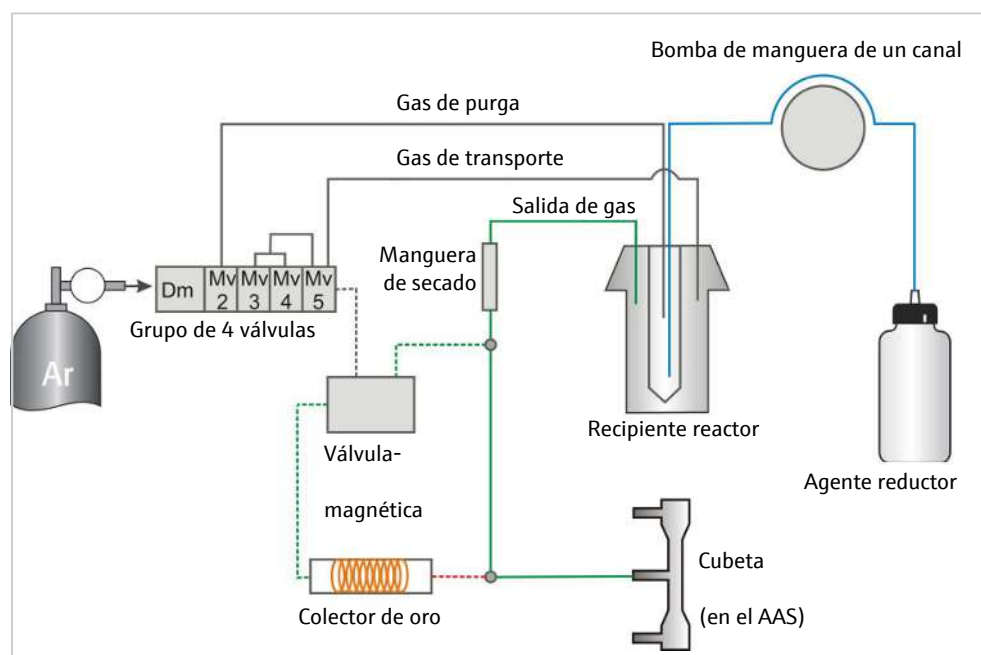


Fig. 3 Esquema de funcionamiento

El sistema Hg/hidruro funciona generalmente con el agente reductor borohidruro de sodio NaBH_4 como agente reductor. Para la determinación del Hg se puede utilizar alternativamente el agente reductor cloruro de estaño (II) SnCl_2 .



AVISO

Alta cantidad de trabajo al cambiar el agente reductor.

El cambio del agente reductor requiere de trabajos de mantenimiento mayores.

- Cambie todas las mangueras que entraron en contacto con el agente reductor.
- Enjuague bien el sistema de hidruro/Hg antes de la siguiente tarea de muestra.

3.2.1 Bomba de manguera

La bomba de manguera de un canal lleva una cinta snap-in ajustable y una manguera de bombeo de diámetro interior con 2,06 mm de diámetro interior. La bomba funciona únicamente durante el tiempo de bombeo y transporta el agente reductor a niveles regulables de velocidad 4.

3.2.2 Módulo batch

El módulo batch se compone del recipiente reactor con suelo cónico para volúmenes de muestra de 1 ... 20 ml y la cabeza.

La cabeza dispone de:

- Suministro de gas de purga (con el etiquetado "purge gas" en el cabezal), flujo de gas argón 15 l/h
- Suministro de gas de transporte (con el etiquetado "transp. gas"), flujo de gas argón 6 l/h + 25 l/h
- Salida de gas a la cubeta (con el etiquetado "to cell")
- Junta de brida para recipiente reactor
- Punta dosificadora

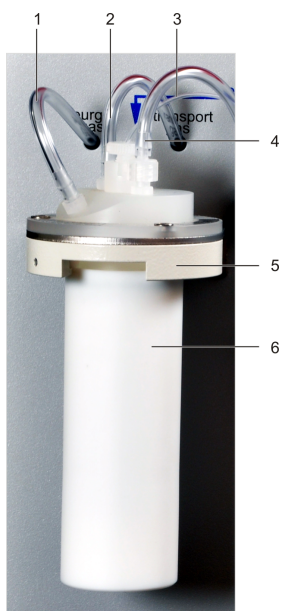


Fig. 4 Módulo batch

- | | |
|---|-----------------------------------|
| 1 Suministro de gas "purge gas" | 2 Suministro de gas "transp. gas" |
| 3 Manguera de dosificación para agente reductor | 4 Salida de gas "to cell" |
| 5 Cabeza | 6 Recipiente reactor |

El agente reductor y gas de purga ("purge gas") se llevan a través de la punta dosificadora hasta el suelo del recipiente reactor. La reacción con la muestra se realiza inicialmente en la parte inferior del recipiente reactor. El gas de reacción liberado y el gas de purga aceleran la reacción. El gas de purga saca el hidruro metálico o el vapor de Hg liberado de la solución de la muestra. El gas de transporte ("transp. gas") entra en la parte superior del recipiente reactor. El gas de transporte transporta el hidruro metálico o el vapor Hg del recipiente reactor al atomizador en el aparato AAS o el colector de oro.

3.2.3 Grupo de cuatro válvulas para el control del gas

El grupo de cuatro válvulas suministra flujos de gas preestablecidos controlados por el software:

Válvula MV2	Flujo de gas F2 con flujo 15 l/h gas de purga constante a través de la punta de la pipeta del módulo batch
Válvulas MV3/MV4	Flujo de gas F3 con flujo 6 l/h y flujo de gas F4 con 25 l/h Flujo de gas de transporte: Los flujos pueden seleccionarse individualmente o como un flujo total (31 l/h).
Válvula MV5	La válvula cambia los flujos de gas F3, F4 hacia el módulo batch o hacia el colector de oro para expulsar el mercurio liberado.

3.2.4 Hg Plus Upgrade Modul (opcional)

El módulo opcional se encuentra en un eje en la parte superior del sistema de hidruro/Hg. Puede abrir la tapa roja del sistema de hidruro/Hg y acceder al módulo.

El módulo consta de los siguientes componentes:

- Tubo de cuarzo con el colector de oro.
- Sensor de infrarrojos
- Ventilador
- Válvula magnética 3/2 (en la entrada)

La válvula magnética cambia los siguientes flujos de gas al colector de oro:

- Gas de reacción para cargar el colector de oro.
- Flujo de gas directo para expulsar el mercurio enriquecido.

El núcleo del módulo es el colector de oro. El colector de oro contiene una malla de oro-platino enrollada sin apretar, aprox. 20 mm. La red se fija en el tubo de cuarzo.

Por amalgamación, el colector de oro enriquece al mercurio del gas de reacción en su superficie. El colector de oro solo vuelve a liberar mercurio cuando se hornea a una temperatura de aprox. 630 °C.

El tubo de cuarzo es helicoidal y está rodeado de una espiral de calefacción. La espiral de calefacción conduce al colector de oro al calentar el calor desde el exterior. Un sensor de infrarrojos vigila la temperatura. Después del calentamiento, el ventilador axial enfría el tubo de cuarzo con aire. Como resultado, el sistema de hidruro/Hg prepara el colector de oro para la siguiente medición.

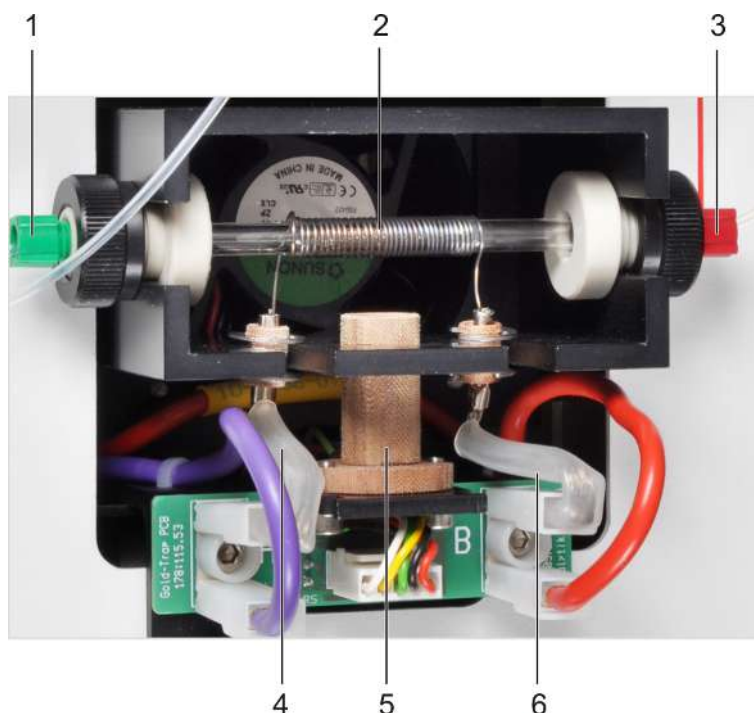


Fig. 5 Colector de oro

- | | |
|-------------------------|------------------------------|
| 1 Entrada de gas | 2 Alambre de calefacción |
| 3 Salida de gas | 4 Conexión de la calefacción |
| 5 Sensor de infrarrojos | 6 Conexión de la calefacción |

3.2.5 Placa de características

La placa de características se encuentra en la parte trasera del equipo. La placa de características incluye la siguiente información:

- Nombre de la empresa y dirección completa del fabricante.
- Nombre del dispositivo: Designación de tipo y nombre comercial
- Número de modelo y serie

3.3 Medición

Puede iniciar una medición ya sea a través del botón de inicio en el sistema de hidruro/Hg o el software de control y evaluación del AAS.

Inicie la medición inmediatamente después de haber llenado una nueva muestra en el recipiente reactor y haber montado el recipiente reactor. El sistema de hidruro/Hg lava primero el recipiente reactor con argón de aire libre. Después de un tiempo de espera, el software recopila el valor cero (AZ = Auto Zero).

Después de la comparación de la línea base, la bomba de manguera comienza a bombear agentes reductores en el recipiente reactor. Con un breve retraso, se configura el flujo de enjuague: El argón del gas portador lava los hidruros metálicos formados o el mercurio elemental a la AAS. En la cubeta de cuarzo o en el horno de grafito se forma el vapor atómico. Los hidruros metálicos se descomponen a través de procesos de impacto.

En el caso de la determinación de mercurio, el tiempo de prelavado y el tiempo de espera de AZ se omiten para no expulsar el mercurio altamente volátil de la muestra antes de tiempo. El valor cero solo se determina durante un período de 2 s en lugar de 4 s.

Proceso de medición con enriquecimiento

Antes del suministro de muestra al atomizador del aparato AAS, el sistema de hidruro/Hg enriquece el mercurio de una o más muestras en el colector de oro. En el calentamiento, el colector de oro vuelve a liberar el mercurio. Con el enfriamiento posterior, el sistema de hidruro/Hg prepara el colector de oro para la siguiente medición.

Tiempos de operación

En el software de control y evaluación, puede configurar los siguientes tiempos de operación para el sistema de hidruro/Hg en un método.

Opción	Descripción
Prewash time	Enjuague el tiempo del recipiente con argón antes de la reacción (para formadores de hidruro) El tiempo de prelavado se usa para expulsar el aire para evitar una reacción de gas de flujo en la reacción posterior.
Pump time	Durante este tiempo, el agente reductor se bombea a los recipientes para lograr una reacción.
AZ wait time	Tiempo antes del equilibrio de las líneas base (AZ = Auto Zero, equilibrio a cero)
Wash time	Los tiempos de enjuague sirven para transportar el gas de reacción con la corriente de argón. Las rutas de transporte se pueden mostrar gráficamente.
Heat. time collector	Durante este tiempo, la calefacción se está ejecutando para liberar el mercurio enriquecido del colector de oro.
Cool. time collector	Al mismo tiempo, el colector de oro se enfría para que esté listo para el próximo enriquecimiento.

Representación gráfica

Haciendo clic en **Plot** en la ventana **Method | Hydride** se abre la representación gráfica de los recorridos de los gases. La ventana muestra las operaciones, que se ejecutan parcialmente paralelas entre sí en las fases separadas de la medición.

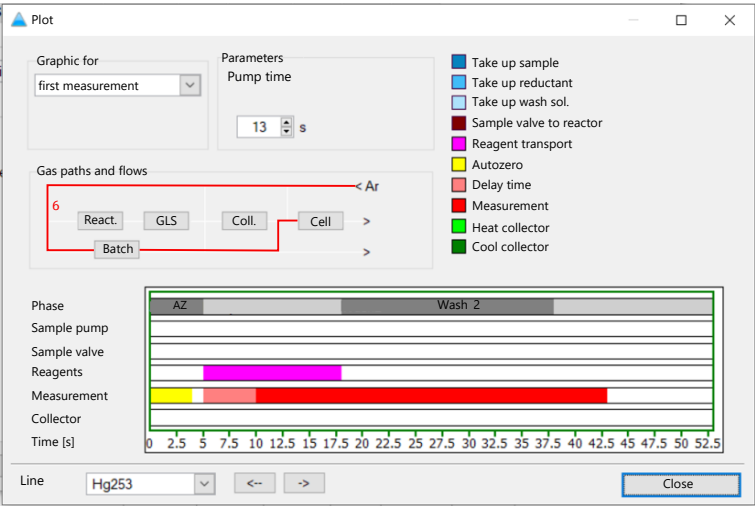


Fig. 6 Representación gráfica: Recorridos de gas y medición.

4 Instalación y puesta en marcha

Por lo general, el servicio posventa de Analytik Jena o de las personas autorizadas por la empresa Analytik Jena instalan el sistema de hidruro/Hg junto con el dispositivo AAS. Como un suministro suplementario usted puede configurar el propio sistema de hidruro/Hg.

Para la instalación y puesta en marcha, tenga en cuenta las advertencias en la sección "Indicaciones de seguridad". Es fundamental que se respeten estas indicaciones de seguridad para que la instalación y el funcionamiento del puesto de medición se efectúe sin ningún problema. Siga las advertencias e indicaciones que están colocadas en el equipo o que muestre el programa de control y evaluación.

Para un funcionamiento sin dificultades, asegúrese de que se cumplan siempre las condiciones de uso. Compruebe las condiciones de instalación especificadas en el manual de su aparato AAS.

4.1 Instalación de la tecnología de vapor en frío hidruro/Hg



AVISO

Sonido continuo de pitido en caso de instalación incompleta

En caso de que la instalación no esté completa, el aparato emitirá un tono ininterrumpido.

- En ese caso, revise los pasos de instalación realizados.

Para obtener información sobre el aparato AAS, consulte las instrucciones de funcionamiento separadas.

4.1.1 Instalación de la unidad de cubetas



ADVERTENCIA

Peligro de formación de gas oxígeno e hidrógeno

La cubeta debe ser ajustada a gas para la tecnología de hidruro porque de lo contrario, en la cubeta se forma una mezcla de gas oxígeno e hidrógeno que puede explotar a altas temperaturas.

- Revise la cara final afilada de la cubeta.
- Cambie la cubeta incluso si ve que hay pequeñas roturas.



AVISO

Peligro de corrosión

Si los residuos de ácidos permanecen en el sifón del sistema de atomizador de la cámara de mezcla, existe el riesgo de que la unidad de cubetas esté corroída en la acción de las amortiguas de ácido.

- Enjuague el sifón a través de la conexión de la cámara de mezcla con agua 500 ml antes de colocar la unidad de cubetas en la conexión de la cámara de mezcla.

- ▶ Desmonte la cabeza del quemador del cuello del quemador.
- ▶ Enjuagar el sifón a través del cuello de la cámara de mezcla con de agua 500 ml.
- ▶ Coloque la cubeta en el cuello del quemador y bloquéelo.
- ▶ Abra la unidad de la cubeta hacia arriba. Introduzca la cubeta adecuada:



Fig. 7 Cubeta de cuarzo para tecnología de hidruro.



Fig. 8 Cubeta Hg (hecha de cuarzo, con forma de tulipán)

- ▶ En la **tecnología de hidruro**: Inserte la cubeta de cuarzo.
- ▶ Cierre la unidad de la cubeta y bloquéela.
- ▶ Coloque la fijación con mirilla de cuarzo en los dos lados y fije con placas de muelles.
- ▶ Inserte la manguera de gas del sistema de hidruro/Hg a la boquilla media de la cubeta. La conexión de la manguera de gas al sistema de hidruro/Hg tiene el etiquetado "to cell".
- ▶ Coloque la manguera de descarga de gas en las boquillas exteriores. Si es posible, cuelgue la pieza en T en la cámara de muestras en la parte posterior de la placa de la cámara de muestras.
- ▶ Guíe la manguera de descarga de gases hacia la campana de extracción

- ▶ En la **tecnología de vapor de frío Hg**: Inserte la cubeta Hg.
 - ▶ Cierre la unidad de la cubeta y bloquéela.
 - ▶ Asegure la cubeta Hg con los muelles de tracción para que se fije en su posición.
 - ▶ Inserte la manguera de gas del sistema de hidruro/Hg a la boquilla media de la cubeta. La conexión de la manguera de gas al sistema de hidruro/Hg tiene el etiquetado "to cell".
- ✓ Así queda instalada la unidad de cubetas en el aparato AAS.

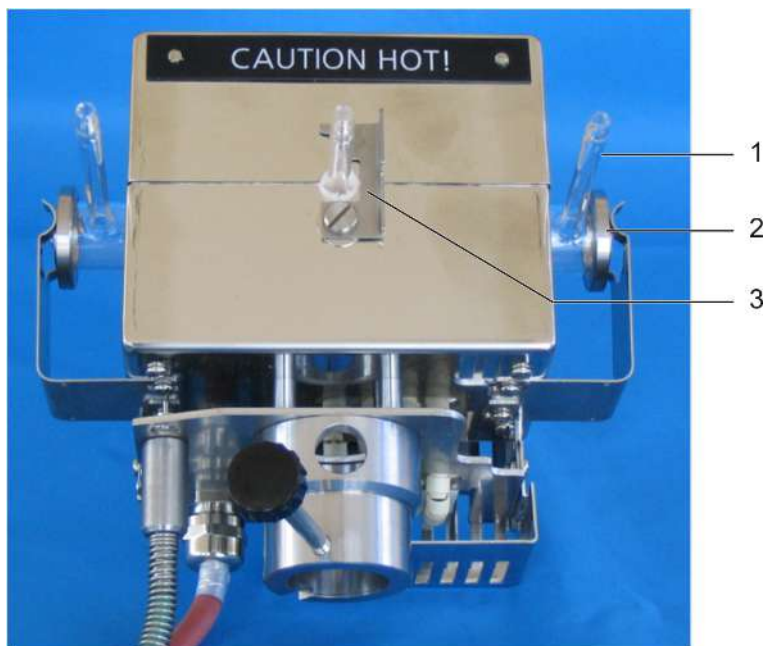


Fig. 9 Unidad de cubeta con cubeta de cuarzo

- | | |
|--|----------------------------------|
| 1 Cubeta de cuarzo para tecnología de hidruro. | 2 Sujeción con mirilla de cuarzo |
| 3 Cierre | |

Instale la unidad de cubeta en ZEE nit 650 P

El modelo ZEE nit 650 P solo está equipado con el horno de grafito. Una característica especial de este modelo es que se puede extraer el horno de tubo de grafito de la cámara de muestras e instalar la unidad de cubetas para la tecnología de hidruro/Hg.

- ▶ Afloje el tornillo de fijación en la parte delantera debajo del horno de grafito.
- ▶ Saque el horno de tubo de grafito de la cámara de muestras.
- ▶ Bloquee la placa del horno en la posición extendida con el pasador de bloqueo.

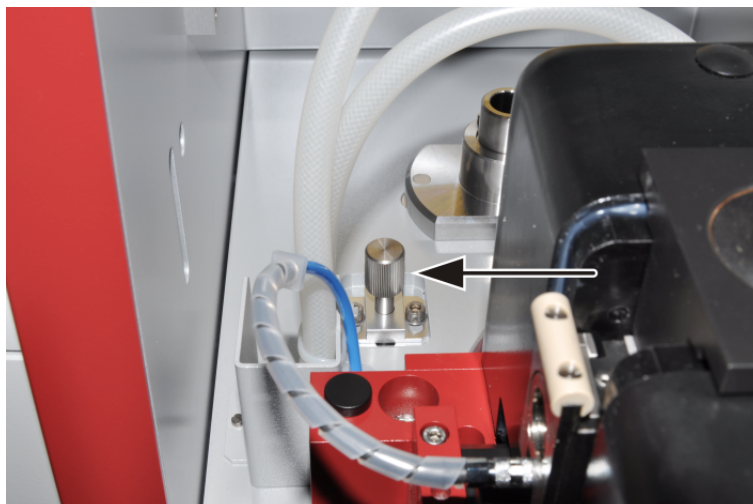


Fig. 10 Pin de seguridad en la placa del horno

- Inserte la recepción para la unidad de cubetas en las conexiones previstas en la placa del suelo del compartimento de muestras.
- Coloque la unidad de cubetas en el soporte y fíjela con el tornillo de fijación.

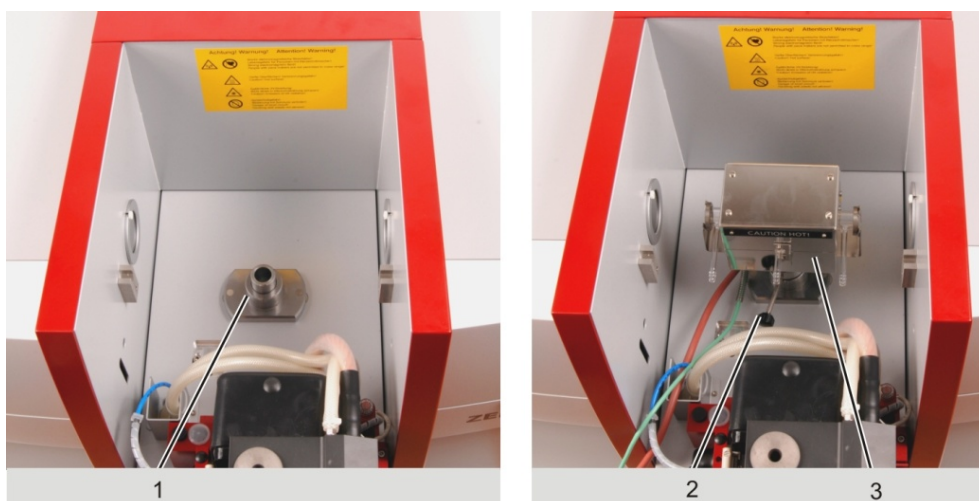


Fig. 11 Soporte y unidad de cubeta para el sistema de hidruro/Hg

- | | |
|--|------------------------|
| 1 Alojamiento para la unidad de cubeta | 2 Tornillo de fijación |
| 3 Unidad de cubetas | |

- Inserte la cubeta apropiada en la unidad de cubeta y continúe, como se describe al principio del capítulo.

4.1.2 Instalación del sistema de hidruro/Hg en el AAS



PRECAUCIÓN

Tensión peligrosa en la conexión de calefacción de la cubeta

En la conexión, la calefacción de la cubeta puede existir una tensión peligrosa.

- El equipo y los demás componentes solo deben conectarse a la red eléctrica cuando están apagados.
- Los cables de conexión eléctrica entre los componentes del sistema solo pueden conectarse o retirarse cuando el sistema está apagado. De lo contrario, también existe el riesgo de dañar la electrónica sensible.



Fig. 12 sistema de hidruro/Hg instalado en el aparato AAS

- Configure el sistema de hidruro/Hg a la derecha del aparato AAS o en una tabla junto al aparato AAS.

Conexión eléctrica e interfaces

- Conecte la unidad de cubeta eléctricamente al sistema de hidruro/Hg:
 - Conecte la calefacción a la conexión "cell heating".
 - Conecte el conducto del sensor temperatura a la conexión "cell sensor".
 - Fije la toma de tierra del cable del sensor a la regleta de terminales del sistema de hidruro-Hg con el tornillo moleteado.
- Conecte el módulo funcional al AAS: La unidad AAS proporciona las tensiones (+5 V/ +24 V) para el módulo funcional.
 - Conecte el enchufe "AAS" del conducto flexible doble a la toma AS o Sampler Flame del aparato AAS.

- Conecte la toma de D-Sub "HS" del cable más fino del conducto flexible doble a la conexión "input 5 V/24 V" del sistema de hidruro/Hg.
- La toma redonda verde "AS" del conducto flexible doble queda libre.
- Conecte la línea de señal al conector HS o Hydridsystem del aparato AAS. Conecte el otro extremo de la línea al puerto "AAS/RS 232" del sistema de hidruro-Hg.

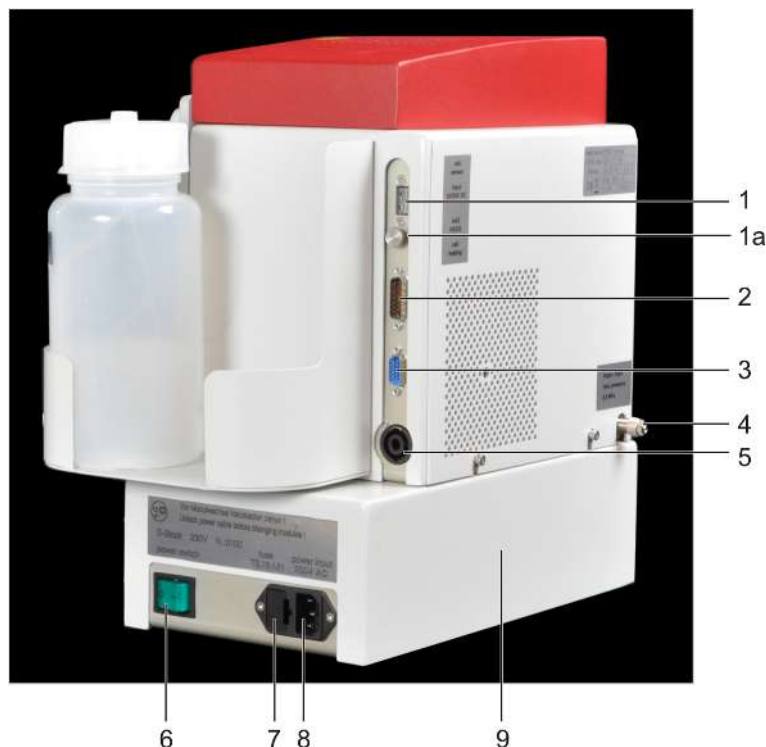


Fig. 13 Conexiones en el lado del dispositivo derecho

- | | |
|---|---|
| 1 Conexión unidad de cubeta del sensor de temperatura "cell sensor" | 1a Tornillo moleteado toma a tierra |
| 2 Conexión para el suministro +5 V/+24 V del AAS | 3 Puerto "AAS/RS 232" |
| 4 Conexión de argón | 5 Conexión calefacción cubetas "cell heating" |
| 6 Interruptor de red | 7 Carga de fusibles |
| 8 Alimentación eléctrica | 9 Módulo básico |

- ▶ Conecte el cable de alimentación a la conexión de alimentación del módulo básico. Use la conexión con el enchufe múltiple que se suministra con el aparato AAS.
- ▶ Conecte la manguera de argón con el racor de tubería en la parte posterior.

Modo de funcionamiento "Hidruro"/"Hg sin enriquecimiento"

- ▶ Seleccione el tubo flexible de secado: Tipo "Hy" para tecnología de hidruro o tipo "Hg" para la determinación de mercurio.
- ▶ Conecte la manguera de la cubeta con el tubo flexible de secado a través de un acoplamiento Luer hembra.
- ▶ Conectar el tubo flexible de manguera a través de la manguera de conexión en la salida de gas "to cell" del módulo batch.
- ▶ Si no se ha hecho ya: Conecte la manguera de la cubeta a la boquilla media de la cubeta.



Fig. 14 Tubería para modo de funcionamiento "Hidruro"/"Hg sin enriquecimiento"

Modo de funcionamiento "Hg con enriquecimiento"

- ▶ Seleccione el tubo flexible de secado "Hg".
- ▶ Conecte la manguera de secado a "to cell" del módulo batch a través de la manguera de conexión.
- ▶ Atornille el otro extremo de la manguera al conector "to enr." (to enrichment) (al enriquecimiento) en el panel frontal.
- ▶ Conecte la manguera de la cubeta a la boquilla media de la cubeta a la conexión "enr. to cell".
- ▶ Si no se ha hecho ya: Conecte la manguera de la cubeta a la boquilla media de la cubeta.



Fig. 15 Tubería para modo de funcionamiento "Hg sin enriquecimiento"

Transporte de agente reductor

- ▶ Llene la botella de almacenamiento con el agente reductor.
- ▶ Conecte la manguera de aspiración de agente reductor (con tornillo hueco azul) con la manguera de bombeo de la bomba de un canal y sumergir hasta el tope en la botella de provisión para agente reductor.
- ▶ Enganche el casete de la manguera en el sistema de hidruro/Hg. Ajuste la palanca de bloqueo para que la solución sea transportada uniformemente.
 - ✓ Por lo tanto, el sistema de hidruro/Hg está instalado en el aparato AAS y se prepara para mediciones.

Secuencia de encendido

El módulo funcional se alimenta por el aparato AAS con las tensiones de funcionamiento +5 V/+24 V. El módulo básico es el que tiene tensión de red. Durante la inicialización de encendido, el módulo funcional controla la frecuencia de red. Si no se aplica ninguna tensión al módulo básico, el módulo funcional rompe la inicialización.

De ahí se obtiene el siguiente orden de encendido:

- ▶ Encienda el sistema de hidruro/Hg.
- ▶ Encienda el aparato AAS.
- ✓ Se pueden iniciar las primeras mediciones.

4.1.3 Cambio entre los modos de operación

Si desea cambiar entre los modos de funcionamiento "Hidruro" o "Hg sin enriquecimiento" y "Hg con enriquecimiento", tiene que cambiar la tubería en el panel frontal del módulo batch.

Modo de funcionamiento "Hidruro"/"Hg sin enriquecimiento"

- ▶ Seleccione el tubo flexible de secado: Tipo "Hy" para tecnología de hidruro o tipo "Hg" para la determinación de mercurio.
- ▶ Conecte la manguera de la cubeta con el tubo flexible de secado a través de un acoplamiento Luer hembra.
- ▶ Conectar el tubo flexible de manguera a través de la manguera de conexión en la salida de gas "to cell" del módulo batch.
- ▶ Si no se ha hecho ya: Conecte la manguera de la cubeta a la boquilla media de la cubeta.



Fig. 16 Tubería para modo de funcionamiento "Hidruro"/"Hg sin enriquecimiento"

Modo de funcionamiento "Hg con enriquecimiento"

- ▶ Seleccione el tubo flexible de secado "Hg".
- ▶ Conecte la manguera de secado a "to cell" del módulo batch a través de la manguera de conexión.
- ▶ Atornille el otro extremo de la manguera al conector "to enr." (to enrichment) (al enriquecimiento) en el panel frontal.
- ▶ Conecte la manguera de la cubeta a la boquilla media de la cubeta a la conexión "enr. to cell".
- ▶ Si no se ha hecho ya: Conecte la manguera de la cubeta a la boquilla media de la cubeta.



Fig. 17 Tubería para modo de funcionamiento "Hg sin enriquecimiento"

Selección de la cubeta

- ▶ Modo de funcionamiento **"hidruro"**: Use la cubeta de cuarzo.
- ▶ Inserte la cubeta en la unidad de cubeta del aparato AAS y cierre con las ventanas de cuarzo.
- ▶ Modos de funcionamiento **"Hg con/sin enriquecimiento"**: Opcionalmente, seleccione la cubeta Hg en forma de tulipán. Alternativamente, se puede utilizar la cubeta de cuarzo.
- ▶ Inserte la cubeta en la unidad de la cubeta y asegúrela con los muelles.

4.2 Reequiar Hg Plus Upgrade Modul



ADVERTENCIA

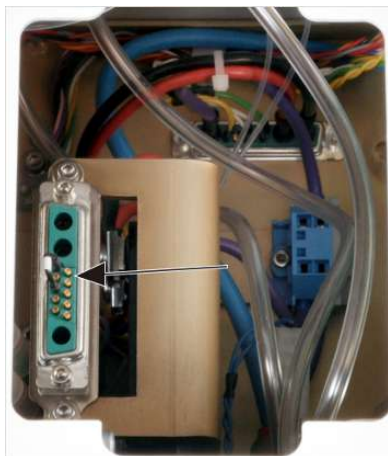
Peligro de descarga eléctrica

Al convertir el sistema de hidruro/Hg, existe el riesgo de tocar componentes con tensión y sufrir una descarga eléctrica.

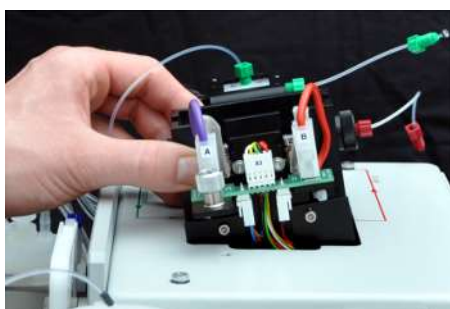
- Antes de la conversión: Apague el sistema de hidruro/Hg y AAS en el interruptor de encendido.
- Desconecte el enchufe de alimentación de la conexión.
- Suelte todos los cables de conexión a la AAS y la unidad de cubetas.

Herramienta de software para la conversión

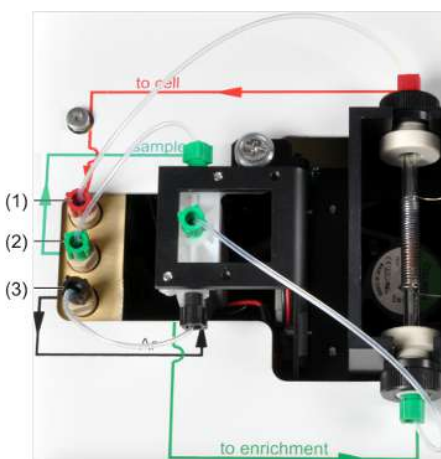
- ▶ Inserte el CD suministrado en el PC. Inicie el software HS Wizard y siga las indicaciones de la pantalla.
- ▶ Elegir el espectrómetro que se utiliza.
- ▶ Seleccione la configuración inicial del sistema de hidruro/Hg.
- ▶ Seleccione la configuración de destino del sistema de hidruro/Hg con enriquecimiento Hg.



- ▶ Abra la capucha roja del sistema de hidruro/Hg.
- ▶ Tire hacia arriba del tapón de cortocircuito dentro del sistema de hidruro/Hg y retírelo.



- ▶ Inserte el módulo. Alinee el módulo con los pasadores de guía y presione hacia abajo hasta que se realice la conexión del enchufe.
- ▶ Fije el módulo con los tornillos moleteados.



- ▶ Establezca las conexiones de mangueras hacia el sistema de hidruro/Hg a través del marco:
 - Manguera con tornillo hueco rojo en conexión trasera con flecha roja (1)
 - Manguera con tornillos huecos verdes en conexión mediana con flecha verde (2)
 - Manguera con tornillos huecos negros en conexión delantera con flecha negra (3)
- ▶ Cierra la tapa roja de nuevo.
- ▶ Conecte el sistema a la cuadrícula de alimentación, con el aparato AAS y la unidad de cubeta.
- ▶ Encienda los dispositivos, primero el sistema de hidruro/Hg, luego el AAS.
- ▶ Tras inicializar los aparatos, pinchar en el software HS Wizard el botón **[siguiente]**. Finalice el software.

Prueba de funcionamiento

- ▶ Inicie el software ASpect LS o ASpect CS.
- ▶ Seleccione en la ventana **Quick Start** la tecnología **Hydride** e inicialice la configuración de los aparatos.
- ▶ Cierre la ventana con **OK**.
- ▶ Haga clic en el botón **Hydride system**.
- ▶ Compruebe la función de calefacción. Abra la tapa del equipo roja.
- ▶ Seleccione en la ventana **Hydride system** en la pestaña **Control** en **Collector** la opción **Heating on**.
- ▶ Compruebe si la espiral de calefacción se ilumina.
- ▶ Pruebe la refrigeración. Seleccione la opción **Cooling on**.

- ▶ Compruebe si se siente un flujo de aire vertical.
- ▶ Terminar la prueba de funcionamiento. Seleccione la opción **off**. Cierre la tapa roja.
- ▶ Vuelva a cerrar la ventana **Hydride system**.
 - ✓ El nuevo módulo está listo para trabajar.

4.3 Instalación de la tecnología HydrEA



AVISO

Mensaje de error en caso de que falta el enchufe ciego

En la tecnología HydrEA no se utilizan unidades de cubetas. El sistema de hidruro/Hg emite un pitido cuando la conexión del sensor de temperatura está libre.

- Para la función correcta del dispositivo, enchufe el enchufe ciego suministrado en la conexión del sensor de temperatura.

Realice los pasos de instalación en el siguiente orden:

- ▶ Cuando el sistema de hidruro/Hg está instalado: prepare el sistema analítico para la tecnología HydrEA.
- ▶ Instalar y ajustar la tecnología del tubo de grafito y el automuestreador de grafito (AS-GF) véase el manual de instrucciones del aparato AAS.
- ▶ El tubo de grafito se recubre con iridio u oro.
- ▶ Equipe el sistema de hidruro/Hg con tecnología HydrEA.
- ▶ Ajuste el grafito del generador de muestra con la cánula de titanio (para la tecnología HydrEA).

4.3.1 Preparación del sistema de análisis para la tecnología HydrEA



PRECAUCIÓN

Tensión peligrosa en la conexión de calefacción de la cubeta

En la conexión, la calefacción de la cubeta puede existir una tensión peligrosa.

- El equipo y los demás componentes solo deben conectarse a la red eléctrica cuando están apagados.
- Los cables de conexión eléctrica entre los componentes del sistema solo pueden conectarse o retirarse cuando el sistema está apagado. De lo contrario, también existe el riesgo de dañar la electrónica sensible.

Prepare el sistema de análisis de la siguiente manera si desea convertirlo de la técnica de hidruro o de vapor frío de Hg a la técnica HydrEA:

- ▶ Apague el equipo y el AAS. Desconecte del enchufe de la red de la toma de corriente.
- ▶ Deje enfriar la unidad de la cubeta.
 - ⚠ ¡PRECAUCIÓN! En la unidad de la cubeta hay riesgo de quemaduras.
- ▶ Suelte los cables de conexión para el sensor de temperatura y el calentamiento de la cubeta del sistema de hidruro/Hg.
- ▶ Inserte el enchufe de cortocircuito suministrado en la conexión del sensor de temperatura.

- ▶ Si el dispositivo básico tiene solo una sala de muestras: Retire el automuestreador llama de la muestra de la cámara de muestras y colóquela junto al sistema de hidruro/Hg.
- ▶ Afloje la manguera de la cubeta de la cubeta.
- ▶ Para aparatos AAS con una sola sala de muestras: Retire la cubeta y desinstale la unidad de cubeta.

4.3.2 Recubrimiento de tubo de grafito



AVISO

Daños a la cánula de titanio.

El recubrimiento del tubo de grafito no debe hacerse con el canal de titanio del grafito de automuestreadores. De lo contrario, la cánula ya no se puede utilizar para mediciones.

- Solo recubra el tubo de grafito con la configuración estándar del automuestreador, es decir, con el tubo de dosificación de MFA.

Recubrimiento del tubo de grafito para la determinación de elementos formadores de hidruro con iridio, para determinar el mercurio con oro.

Recomendación

Pipetear la solución patrón de iridio 50 µl o de oro (1000 mg/l) con el automuestreador y secar la solución en el tubo de grafito. Tras el programa del horno de recubrimiento, el iridio metálico 150 µg o el oro permanecen en el fondo del tubo.

Al recubrir y hornear el tubo de grafito, no se debe superar la temperatura de 2200 °C (iridio) u 1000 °C (oro). De lo contrario, se producen pérdidas de iridio u oro.

- ▶ Inicie el software ASpect LS o ASpect CS.
- ▶ Seleccione en la ventana **Quick Start** la tecnología **Graphite Furnace (Wall)** e inicie la configuración de los aparatos.
- ▶ Cierre la ventana con **OK**.
- ▶ Haga clic en el botón **Furnace**.
- ▶ Seleccione la pestaña **Plot** y en **Graphite tube coating** marque la casilla.
- ▶ Establecer los parámetros para el recubrimiento.
 - **Cycles** = Número de pipeteos (recomendados: 3)
 - **Position** = Posición de la solución patrón de iridio o de oro en el plato del automuestreador
 - **Vol.** = por ciclo del volumen de muestras a pipetar (recomendado: 50 µl)
 - **Element** = Ir o Au
- ✓ El gráfico en la pestaña representa el historial de tiempo de temperatura fija para el recubrimiento de la tubería con iridio u oro.
- ▶ Coloque el recipiente de muestras con solución patrón de iridio u oro en la posición seleccionada en el plato del automuestreador.
- ▶ Inicie el recubrimiento con un clic en **Start**.
 - ✓ El tubo de grafito se recubre con iridio u oro.

Programa de recubrimiento Ir

Fase	Temperatura [°C]	Tasa [° C/s]	Tiempo de mantenimiento [s]	Gas de purga
Secado	90	5	40	Máx.
Secado	110	1	40	Máx.
Secado	130	1	40	Máx.
Pirolisis	1200	300	26	Parado
Atomizar	2100	500	8	Parado
Calcinar	2100	0	5	Medio

Programa de recubrimiento Au

Fase	Temperatura [°C]	Tasa [° C/s]	Tiempo de mantenimiento [s]	Gas de purga
Secado	80	5	25	Máx.
Secado	90	1	25	Máx.
Secado	110	5	10	Máx.
Pirolisis	110	0	6	Parado
Atomizar	950	500	5	Parado
Calcinar	950	0	5	Medio

4.3.3 Instalación del sistema de hidruro/Hg en el AAS

- ▶ En el automuestreador grafito (AS-GF) aflojar la tuerca de apriete de mangueras, sacar manguera de dosificación y situar en la botella de residuos.
- ▶ Introducir la cánula de titanio para la tecnología HydrEA en la guía de manguera hasta la curvatura y apretar.
- ▶ Coloque el sistema de hidruro/Hg en la proximidad del AAS.

Conexión eléctrica e interfaces

- ▶ Conecte el enchufe ciego en el sistema de hidruro/Hg para conectar el sensor de temperatura de la unidad de cubeta.
i ¡AVISO! Sin un conector ciego, el equipo emite un tono de señal.
- ▶ Conecte el módulo funcional al AAS: La unidad AAS proporciona las tensiones (+5 V/ +24 V) para el módulo funcional.
 - Conecte el enchufe "AAS" del conducto flexible doble a la toma AS o Sampler Flame del aparato AAS.
 - Conecte la toma de D-Sub "HS" del cable más fino del conducto flexible doble a la conexión "input 5 V/24 V" del sistema de hidruro/Hg.
 - La toma redonda verde "AS" del conducto flexible doble queda libre.
 - Conecte la línea de señal al conector HS o Hydridsystem del aparato AAS. Conecte el otro extremo de la línea al puerto "AAS/RS 232" del sistema de hidruro-Hg.

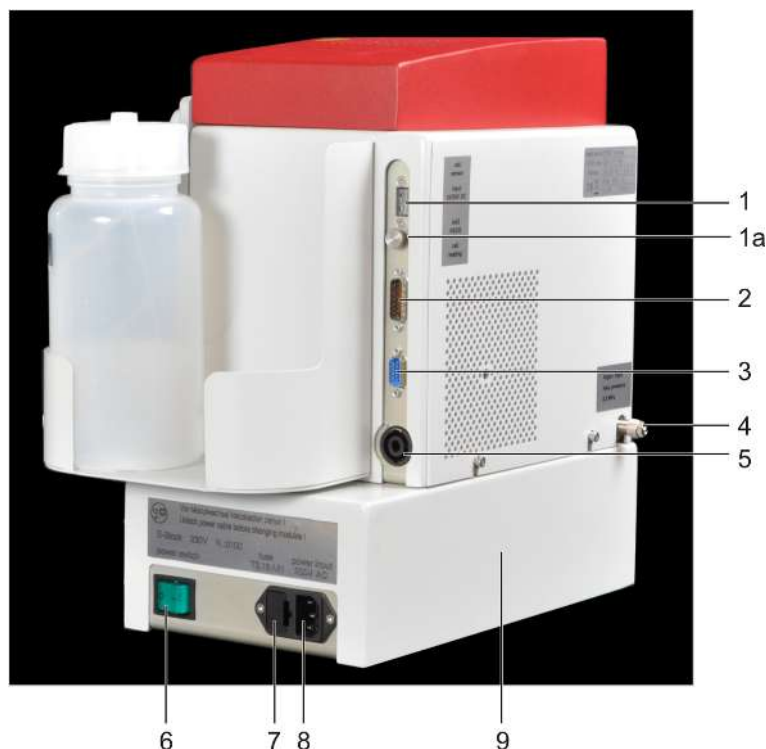


Fig. 18 Conexiones en el lado del dispositivo derecho

- | | |
|---|---|
| 1 Conexión unidad de cubeta del sensor de temperatura "cell sensor" | 1a Tornillo moleteado toma a tierra |
| 2 Conexión para el suministro +5 V/+24 V del AAS | 3 Puerto "AAS/RS 232" |
| 4 Conexión de argón | 5 Conexión calefacción cubetas "cell heating" |
| 6 Interruptor de red | 7 Carga de fusibles |
| 8 Alimentación eléctrica | 9 Módulo básico |

- ▶ Conecte el cable de alimentación a la conexión de alimentación del módulo básico. Use la conexión con el enchufe múltiple que se suministra con el aparato AAS.
- ▶ Conecte la manguera de argón con el racor de tubería en la parte posterior.
- ▶ Conectar la manguera HydrEA con la pieza de acoplamiento a la conexión "to cell" del módulo batch e insertar en la cánula de titanio del AS- GF.

Transporte de agente reductor

- ▶ Llene la botella de almacenamiento con el agente reductor.
- ▶ Conecte la manguera de aspiración de agente reductor (con tornillo hueco azul) con la manguera de bombeo de la bomba de un canal y sumergir hasta el tope en la botella de provisión para agente reductor.
- ▶ Enganche el casete de la manguera en el sistema de hidruro/Hg. Ajuste la palanca de bloqueo para que la solución sea transportada uniformemente.
 - ✓ Por lo tanto, el sistema de hidruro/Hg está instalado en el aparato AAS y se prepara para mediciones.

Secuencia de encendido

El módulo funcional se alimenta por el aparato AAS con las tensiones de funcionamiento +5 V/+24 V. El módulo básico es el que tiene tensión de red. Durante la inicialización de encendido, el módulo funcional controla la frecuencia de red. Si no se aplica ninguna tensión al módulo básico, el módulo funcional rompe la inicialización.

De ahí se obtiene el siguiente orden de encendido:

- ▶ Encienda el sistema de hidruro/Hg.

- ▶ Encienda el aparato AAS.
 - ✓ Se pueden iniciar las primeras mediciones.

4.3.4 Ajuste del automuestreador grafito con la cánula de titanio

- ▶ Inicie el software ASpect LS o ASpect CS.
- ▶ Seleccione en la ventana **Quick Start** la tecnología **HydrEA** e inicialice la configuración de los aparatos.
- ▶ Cierre la ventana con **OK**.
- ▶ Haga clic en el botón **Autosampler**. Seleccione la pestaña **Techn. parameters** y haga clic en el botón **Align sampler to furnace**.
 - ✓ El software lo dirige paso a paso cuando se ajusta en la dirección X, Y y bajando la cánula de titanio.
- ▶ Colocar la pieza auxiliar de ajuste:
 - novAA 800, contrAA 800: Insertar la pieza auxiliar de ajuste con retícula en el orificio de pipeteo.
 - ZEE nit 700 P, ZEE nit 700 Q, ZEE nit 650 P: Abra el horno Zeeman y retire la mirilla del horno izquierda. Retire el tubo de grafito del horno. Insertar la pieza auxiliar de ajuste con la perforación desde la izquierda en la camisa del horno.
- ▶ Seguir las indicaciones del software:
 - Alinee la dirección x (paralela al eje óptico) haciendo clic en los botones **left** / **right** con el retículo o la apertura de dispensación. Realice el ajuste fino con los tornillos de ajuste del lateral.
 - Ajuste en la dirección a Y (profundidad del compartimento de muestras) mediante el ajuste del tornillo de ajuste.
 - Apriete los tornillos y asegúrelos en esa posición con las contratueras.
 - Ajuste la dirección z con ayuda del software: Baje la cánula de titanio hasta que la cánula se cierre con el borde superior de la ayuda de ajuste.
- ▶ Guarde los ajustes haciendo clic en el botón **Next** en el software.
- ▶ Retire la ayuda de ajuste.
- ▶ Prepare el tubo de grafito:
 - novAA 800, contrAA 800: Inserte el embudo dispensador en la abertura de pipeteo.
 - ZEE nit 700 P, ZEE nit 700 Q, ZEE nit 650 P: inserte la mirilla del horno izquierda, insertar el tubo de grafito estándar o el tubo de grafito recubierto, cerrar el horno Zeeman.
- ▶ Ajuste la profundidad de inyección de la muestra en el tubo de grafito:
 - Afloje la tuerca de sujeción, coloque la cánula de titanio en la lámina del tubo, si es necesario compruebe la posición de la cánula con la cámara del horno.
 - Fije las cánulas con tuercas de apriete.
 - Ajuste la profundidad de inyección a través del fondo del tubo (aprox. 0,5 mm).
- ▶ Cierre el ajuste con **Finish**.
 - ✓ El automuestreador se ajusta y, por lo tanto, está listo para mediciones.

5 Manejo

La preparación del aparato AAS para el hidruro o la técnica HydrEA se describe en las instrucciones de funcionamiento de la AAS.

El manual del software describe lo siguiente:

- Establezca la técnica y el modo de operación.
- Compruebe la función del sistema de hidruro/Hg.
- Establezca un método de hidruro o HydrEA.
- Establezca parámetros del método para el sensor de muestra.

5.1 Fabricación de suministros y estándares.



ADVERTENCIA

Peligro de corrosión

El borohidruro de sodio y el hidróxido de sodio son fuertemente corrosivos, higroscópicos y extremadamente agresivos en solución. El ácido clorhídrico concentrado es fuertemente corrosivo.

- Use gafas y ropa protectora al manipular las sustancias corrosivas. Trabajar debajo de la campana de extracción.
- Siga todas las instrucciones y especificaciones de las hojas de datos de seguridad.
- Añada siempre agua cuando prepare ácidos y álcalis diluidos. Luego agregue ácido o solución alcalina concentrados.



ADVERTENCIA

Peligro de envenenamiento por arsénico.

La solución arsénica (1000 mg/l) provoca una irritación severa de la piel y los ojos. La solución es carcinogénica.

- Use gafas protectoras y ropa protectora al manipular la sustancia peligrosa.
- Siga todas las instrucciones y especificaciones de las hojas de datos de seguridad.
- Cuando se preparan soluciones diluidas, siempre hay que poner agua primero y agitar lentamente la solución estándar concentrada.

Para la operación del sistema de hidruro/Hg, necesita las siguientes soluciones:

- Agente reductor ($\text{NaBH}_4/\text{NaOH}$)
- Soluciones estándar para tecnología de hidruro.
- Soluciones estándar para la tecnología HydrEA.
- Solución reductora (por ejemplo, KI/ácido ascórbico) para la reducción de $\text{As}(+\text{V})$ a $\text{As}(+\text{III})$

Las muestras pueden contener iones arsénicos en diferentes niveles de oxidación. Por lo tanto, se recomienda un tratamiento de la muestra para una mejor sensibilidad de medición y la medición correcta.

Recomendación:

- Trate las muestras antes de la transferencia al sistema de hidruro/Hg con la solución de reducción (KI/ácido ascórbico) para el arsénico en la etapa de oxidación + III. Preste atención a una implementación completa de $\text{As}(+\text{V})$ a como $(+\text{III})$.

- Trate los estándares y las muestras lo más pronto posible. Cuando la antigüedad de los estándares de arsénico, la reacción con el oxígeno de aire como (+ V) se forman iones en la solución.

Propuesta de preparación de las soluciones

Agente reductor

Solución	Fabricación	Durabilidad, comentarios
Solución patrón 3,0 % NaBH ₄ + 1,0 % NaOH	7,5 g NaBH ₄ + 2.5 g NaOH (plaquita) + 250 ml H ₂ O (dest.) Disolver en el baño ultrasónico	en la nevera a Ca. 4 ... 6 semanas (en la nevera a ≤7 °C)
Agente reductor 1,0 % NaBH ₄ + 0,3 % NaOH	100 ml solución patrón + 200 ml H ₂ O (dest.)	en la nevera a Ca. 1 ... 2 semanas (en la nevera a ≤7 °C)

Estándares de tecnología de hidruro

Solución	Fabricación	Durabilidad, comentarios
Solución 1 (solución estándar comercial) 1000 mg/l como		Ver instrucciones del fabricante
Solución 2 1 mg/l como	100 µl solución 1 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) Rellene con H ₂ O (dest.) a 100 ml.	Estable durante varios días. Hacer estándares en series de dilución.
Estándares 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 µg/l As	P. ej.: Estándar 10 µg/l como 1 ml de solución 2 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) + 1 ml de solución de ácido KI/ascórbico Tras 45 min rellene con H ₂ O (dest.) a 100 ml.	Preparar estándares frescos a diario.

Estándares de tecnología de HydrEA

Solución	Fabricación	Durabilidad, comentarios
Solución 1 (solución estándar comercial) 1000 mg/l como		Ver instrucciones del fabricante
Solución 2 10 mg/l como	1 ml de solución 1 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) Rellene con H ₂ O (dest.) a 100 ml.	Hacer estándares en series de dilución.
Solución 3 100 µg/l como	1 ml de solución 2 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) Rellene con H ₂ O (dest.) a 100 ml.	4 ... 5 días

Solución	Fabricación	Durabilidad, comentarios
Estándares 0 / 0,2 / 0,4 / 0,6 / 0,8 / 1,0 µg/l As	P. ej.: Estándar 1 µg/l como 1 ml de solución 3 + 7 ml HCl (37 % , p. a.) + 1 ml de solución de ácido KI/ ascórbico Tras 45 min rellene con H ₂ O (dest.) a 100 ml.	Preparar estándares frescos a diario.

Solución de ácido de KI/ascórbico

Solución	Fabricación	Durabilidad, comentarios
5 % KI + 5 % ácido ascórbico	2.5 g KI + 2.5 g de ácido ascórbico Rellene con H ₂ O (dest.) a 50 ml.	Varios días (en la nevera a ≤7 °C) Si la decoloración ya no se usa.

5.2 Encendido y apagado del equipo

Trabajos para la puesta en
marcha diaria

- ▶ Casete de manguera para la muestra en la bomba de manguera de 1 canal.
- ▶ Cree presión en las mangueras de bombeo ajustando la palanca de trinquete.
- ▶ Cargar el sistema con agente reductor:
 - Inicie el software de control y evaluación.
 - Seleccione en la ventana **Quick Start** la tecnología **Hydride** e inicialice la configuración de los aparatos. Cierre la ventana con **OK**.
 - Haga clic en el botón **Hydride syst..**
 - Seleccione la pestaña **Control** haga clic en el botón **Load system**.
- ✓ El equipo está listo para funcionar.

Trabajos a realizar antes del
apagado diario

- Antes de cerrar, el software le pregunta si desea limpiar el sistema de hidruro/Hg.
- ▶ Inicie la limpieza del sistema haciendo clic en **Start**.
 - ▶ Después de que el software solicite la manguera de succión / mangueras de admisión en agua destilada o alternativamente se sumerja en una solución débilmente ácida.
 - ▶ El sistema de hidruro/Hg fluye la manguera para reducir los agentes reductores.
 - ▶ Después del mensaje de software, retire la manguera de la solución de enjuague. El sistema de hidruro/Hg luego bombea la manguera vacía.
 - ▶ Si es necesario, repita la limpieza del sistema.
 - ▶ Relajar la manguera de bombeo soltando la caja de manguera en la bomba de un canal.
 - ▶ Recomendación: Conservar la solución de agente reductor en el frigorífico.
 - ✓ Se puede apagar el aparato.

6 Mantenimiento y cuidado

El usuario no debe efectuar en el equipo ni en los componentes tareas de conservación y mantenimiento distintas a las que se indican aquí.

Para todos los trabajos de mantenimiento, tenga en cuenta las indicaciones del apartado "Indicaciones de seguridad". El cumplimiento de las indicaciones de seguridad es condición indispensable para un funcionamiento sin dificultad alguna. Siga siempre las advertencias e indicaciones colocadas en el equipo o mostradas por el software de control.

Para garantizar un funcionamiento seguro y sin contratiempos, Analytik Jena recomienda realizar anualmente una revisión y un mantenimiento por parte del servicio al cliente.

6.1 Tareas de mantenimiento

Equipo base

Intervalo de mantenimiento	Medida de mantenimiento
Semanalmente	Verifique las mangueras de la bomba y la ruta de la manguera visualmente en busca de desgaste, contaminación y cambio de forma. Renueve las mangueras según sea necesario.
En caso necesario y si el rendimiento analítico disminuye	■ Limpie la cubeta y la cubeta. ■ Reemplace el tubo flexible de secado. ■ Cambiar colector de oro (Hg Plus Upgrade Modul). ■ Limpiar el tubo de grafito recubierto o evaporar la capa de metal (HydrEA Upgrade Kit) y volver a recubrir el tubo. ■ Cambie los fusibles del equipo.
Al cambiar el agente reductor.	■ Cambie todas las mangueras que entraron en contacto con el agente reductor. ■ Enjuague bien el sistema.

6.2 Cambio de fusibles



ADVERTENCIA

Peligro de descarga eléctrica

En el interior del equipo se producen altos voltajes, que pueden provocar una descarga eléctrica al tocarlo.

- Antes de abrir: Desconectar el equipo en el interruptor de red.
- Desconecte el cable de alimentación de la conexión.

Los fusibles de entrada se encuentran en el lado derecho del módulo básico y están etiquetados. Puede reemplazar los fusibles usted mismo.

Fusibles

Número de fusible	Tipo de fusible para tensión de red 220 ... 230 V	Tipo de fusible para tensión de red 100 ... 110 V
F1	T 3,15 A H	T 6,3 A H
F2	T 3,15 A H	T 6,3 A H

6.3 Limpieza de la cubeta y la mirilla de la cubeta

Limpie la cubeta y la mirilla de la cubeta cuando disminuya la energía de la lámpara medida, es decir, el número de recuentos. Para los dispositivos con el horno de Zeemano-fen, detectan la contaminación de que aumenta la tensión de SEV.



ADVERTENCIA

Riesgo de quemaduras por ácido fluorhídrico

El ácido fluorhídrico es muy corrosivo y venenoso. Peligro de muerte por ingestión, contacto con la piel o inhalación.

- Al trabajar con ácido fluorhídrico, debe utilizar un delantal de goma, guantes y una máscara facial. Trabajar debajo de la campana de extracción.
- Siga todas las indicaciones y especificaciones de la hoja de datos de seguridad.



ADVERTENCIA

Peligro de formación de gas oxígeno e hidrógeno

La cubeta debe ser ajustada a gas para la tecnología de hidruro porque de lo contrario, en la cubeta se forma una mezcla de gas oxígeno e hidrógeno que puede explotar a altas temperaturas.

- Revise la cara final afilada de la cubeta.
- Cambie la cubeta incluso si ve que hay pequeñas roturas.



PRECAUCIÓN

Peligro de quemadura

La cubeta todavía está muy caliente inmediatamente después de la operación: 600 ... 950 °C (hidruro metálico) y 150 °C (mercurio).

- Enfriar la unidad de cubeta antes del mantenimiento.
- Compruebe la temperatura actual de la cubeta en la ventana **Hydride syst.**, pestaña **Control**.



AVISO

Peligros para la ventana de cuarzo debido al sudor de las manos y al ultrasonido

Las huellas dactilares quedan grabadas en la superficie de la ventana de cuarzo y empeoran la transparencia.

- No toque con los dedos las superficies frontales de la ventana de cuarzo. Limpie inmediatamente las huellas dactilares con etanol.
- No se debe limpiar la ventanas de cuarzo con un baño por ultrasonido. La transmisión de rayos UV de las ventanas se podría reducir.

- Limpieza de ventana de las cubetas
- ▶ Después de enfriar la unidad de la cubeta: Presionar hacia atrás el muelle de hojas y quitar la mirilla de la cubeta con un dispositivo de sujeción.
 - ▶ Limpiar la mirilla de la cubeta con ácido clorhídrico diluido.
 - ▶ A continuación, enjuague la mirilla de la cubeta con agua destilada y déjela secar sin dejar residuos, por ejemplo, soplando con un gas inerte.
 - ✓ Las mirillas de las cubetas están limpias.
- Limpieza de la cubeta
- ▶ Después de enfriar la unidad de la cubeta: Desbloquear y abrir la unidad de cubetas.
 - ▶ Sacar la cubeta y quitar las mangueras.
 - ▶ Limpiar la cubeta 5 ... 10 min con ácido fluorhídrico frío concentrado HF (40 %).
 ⚠ ¡ADVERTENCIA! El ácido fluorhídrico es muy corrosivo y venenoso.
 - ▶ Quitar bajo un chorro de agua la película de protección que se haya desprendido del interior de la manguera dándole fuerte con un cepillo circular.
 - ▶ A continuación, enjuague la cubeta con agua destilada y déjela secar sin dejar residuos, por ejemplo, soplando.
 - ▶ Coloque la cubeta en la unidad de la cubeta. Bloquee la unidad de cubetas.
 - ▶ Colocar las mirillas de las cubetas en ambos lados con dispositivo de sujeción y fijarlas con un muelle de hojas. Compruebe si las ventanas de la cubeta cierran la cubeta con fuerza.
 - ✓ La cubeta está limpia.

6.4 Comprobación de la manguera y el interruptor de la bomba



PRECAUCIÓN

Peligro de quemaduras debido a la solución alcalina

Las mangueras contienen la solución de agente reductor básico.

- Antes del mantenimiento, finalice el software y realice la limpieza del sistema propuesto. El sistema de hidruro/Hg fluye las mangueras y las bombas vacías después de la eliminación de la solución de enjuague.

Haga una revisión visual regular de la manguera de bombeo y dosificación para el agente reductor para ver si está desgastada, tiene suciedad incrustada o ha cambiado la forma. Si el desgaste es más severo o hay contaminación se deberá cambiar el set de mangueras completo para el agente reductor (manguera de aspiración, manguera de bombeo, manguera de dosificación).

Tenga en cuenta que también tiene que reemplazar las mangueras si utiliza el agente reductor (NaBH_4 - SnCl_2).

- ▶ Soltar el tornillo de tope en el módulo batch y sacar la manguera de dosificación (MFA).
- ▶ Sacar la caja de manguera y sacar la manguera de bombeo.
- ▶ Introducir la nueva manguera de bombeo en la caja. Observe la dirección del flujo.
- ▶ Volver a colgar la cinta de manguera y apretar.
- ▶ Introducir la manguera de dosificación (MFA) nueva en el módulo batch. Apretar el tornillo de tope.
 - ⓘ ¡AVISO! El final de la manguera ha de estar aprox. 10 mm sobre la punta de la pipeta en el modelo batch.

- ▶ Manguera de inserción hasta el tapón en la botella de almacenamiento para el agente de reducción.
- ✓ El nuevo set de mangueras está listo para funcionar.

6.5 Comprobación y cambio de la junta de brida en el módulo batch

El anillo obturador del módulo batch puede perder su elasticidad e impermeabilidad pasadas muchas horas de funcionamiento y se tendrá que cambiar.

- ▶ Quitar el recipiente reactor con un giro de la brida.
- ▶ Compruebe el anillo de sellado visualmente en la brida. Retire un anillo de sellado desgastado y reemplácelo por un nuevo anillo de sellado.
- ▶ Deslice el recipiente reactor en la brida y bloqueo con una rotación.
- ✓ Se ha renovado la junta de brida.

6.6 Reemplazo del tubo flexible de secado

El tubo flexible de secado es funcional siempre que la superficie no esté sucia por partículas ni condensado. Cambie siempre los tubos flexibles de secado que estén sucios. No intente limpiarlos.

- ▶ Soltar el tubo flexible de secado de la parte de la manguera en la salida "to cell" del módulo batch y de la manguera de la cubeta o de la entrada "to enr." en la placa frontal.
- ▶ Conectar el tubo flexible de secado nuevo con la parte de la manguera en la salida "to cell" del módulo batch y la manguera de la cubeta.
- ▶ En el modo de funcionamiento "Hg con enriquecimiento" atornillar la segunda terminación de la manguera con un tornillo hueco en la conexión "to enr." en la placa frontal.
- ✓ El tubo flexible de secado nuevo está listo para funcionar.

6.7 Cambiar colector de oro



PRECAUCIÓN

Peligro de quemadura

El colector de oro todavía está muy caliente inmediatamente después de la operación hasta 630 °C).

- Permita que el colector de oro con la espiral de calefacción se enfríe antes del mantenimiento.

Cambiar al colector de oro:

- Si la sensibilidad se reduce significativamente en la determinación de Hg con el enriquecimiento.
- Cuando las señales se ensanchan fuertemente y la reproducibilidad disminuye.
- Cuando el valor calorífico aumenta.

- Cuando el colector de oro cuece de forma incompleta el mercurio enriquecido. Entonces, en el caso de grandes diferencias de concentración, la intensidad de la medición solo se ajusta a lo largo de varias mediciones.

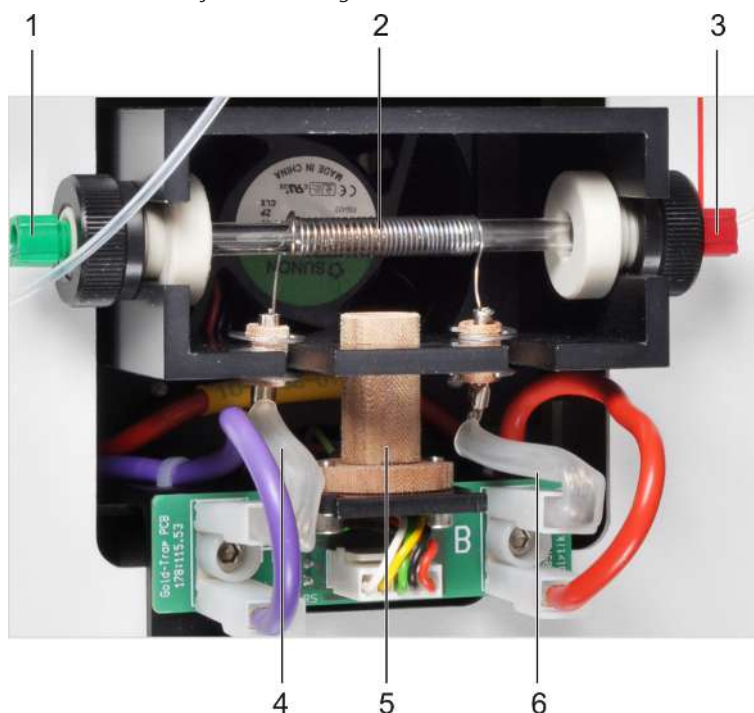


Fig. 19 Colector de oro

- | | |
|-------------------------|------------------------------|
| 1 Entrada de gas | 2 Alambre de calefacción |
| 3 Salida de gas | 4 Conexión de la calefacción |
| 5 Sensor de infrarrojos | 6 Conexión de la calefacción |
- ▶ Desatornille las mangueras para la entrada de gas y la salida de gas del colector de oro.
 - ▶ Retire las conexiones de la espiral de calefacción de la placa de circuito.
 - ▶ Atornille el colector de oro en el eje. Retire el colector de oro con la espiral de calefacción y retire la conexión del tornillo.
 - ▶ Introducir el colector de oro nuevo en las uniones roscadas.
 - ▶ Inserte el colector de oro en el eje. Al mismo tiempo, introduzca los manguitos aislantes del cable calefactor en la ranura.
 - ▶ Mover el colector de oro hasta el tope y atornillar.
 - ▶ Inserte las conexiones de la nueva espiral de calefacción en la placa conductora.
 - ▶ Apriete las mangueras de gas con tornillos huecos en el lado derecho e izquierdo del colector de oro.
 - ✓ El colector de oro nuevo está listo para funcionar.

6.8 Esperar la tecnología de HydrEA

6.8.1 Limpieza del tubo de grafito recubierto

Puede limpiar el tubo de grafito de iridio o recubrimiento de oro en la técnica de HydrEA mediante calentamiento. También puedes repetir este proceso varias veces.

La capa de iridio se volatiliza a temperaturas por encima de 2200 °C que la capa de oro en más del 1000 °C. No exceda estas temperaturas durante la limpieza.

- ▶ Inicie el software ASpect LS o ASpect CS.
- ▶ Seleccione en la ventana **Quick Start** la tecnología **HydrEA** e inicialice la configuración de los aparatos.
- ▶ Cierre la ventana con **OK**.
- ▶ Haga clic en el botón **Furnace**.
- ▶ Seleccione la pestaña **Control** y en el área **Clean furnace** introducir los parámetros para la limpieza del tubo de grafito:
 - **Temp.** = 2200 °C (para Ir) o 1000 °C (para Au)
 - **Ramp** = 500 °C/s (= aumento de la temperatura)
 - **Hold** = 10 s
- ▶ Iniciar el calentamiento del tubo de grafito pulsando el botón **Start**.
 - ✓ El tubo de grafito se limpia mediante un calentamiento corto.

6.8.2 Evaporar la capa de iridio u oro

Se puede evaporar una capa de iridio o de oro gastada, horneándola a temperaturas de ≥ 2500 °C (Ir) o ≥ 1800 °C (Au). Tenga en cuenta Por encima de una temperatura de 2600 °C, el material de grafito del horno comienza a descomponerse.

Luego, puede volver a recubrir el tubo de grafito liberado de la capa de metal para la técnica HydrEA. También puede usar el tubo de grafito como tubo de grafito estándar en analítica de soluciones (operación estándar).

- ▶ Inicie el software ASpect LS o ASpect CS.
- ▶ Seleccione en la ventana **Quick Start** la tecnología **HydrEA** e inicialice la configuración de los aparatos.
- ▶ Cierre la ventana con **OK**.
- ▶ Haga clic en el botón **Furnace**.
- ▶ Seleccione la pestaña **Control** y en el área **Clean furnace** introducir los parámetros para la limpieza del tubo de grafito:
 - **Temp.** = ≥ 2500 °C (para Ir) o ≥ 1800 °C (para Au)
 - **Ramp** = 500 °C/s (= aumento de la temperatura)
 - **Hold** = 10 s
- ▶ Comience la evaporación de la capa de metal pulsando en el botón **Start**.
 - ✓ Mediante calentamiento se libera al tubo de grafito de la capa de metal.

7 Eliminación de errores

Durante la tecnología de hidruro y la tecnología de vapor de frío Hg, se puede producir espuma fuerte en la muestra.

- Pruebe la espuma para muestras desconocidas.
- Detenga el proceso de medición inmediatamente si el gas de transporte lleva espuma de argón hasta la cubeta de cuarzo.
- Añada unas gotas de antiespumante a las muestras muy espumosas: por ejemplo, Dow-Corning DB 110A, antiespumante de silicona u octanol.

8 Transporte y almacenamiento

8.1 Transporte

Durante el transporte, observe las instrucciones de seguridad que se proporcionan en la sección "Instrucciones de seguridad".

Al transportar, evite:

- Sacudidas y vibraciones
¡Peligro de daños por golpes, sacudidas o vibraciones!
- Fuertes fluctuaciones de temperatura
¡Peligro de formación de agua condensada!

8.1.1 Preparar el equipo para el transporte



PRECAUCIÓN

Tensión peligrosa en la conexión de calefacción de la cubeta

En la conexión, la calefacción de la cubeta puede existir una tensión peligrosa activa.

- Afloje los cables de conexión eléctrica entre los componentes del sistema solo cuando se apaga. De lo contrario, también existe el riesgo de dañar la electrónica sensible.



PRECAUCIÓN

Peligro de corrosión

La solución de agente reductor contiene borohidruro de sodio y hidróxido de sodio y es corrosivo.

- Use gafas y ropa protectora al manejar la solución corrosiva.
- Siga todas las instrucciones y especificaciones de las hojas de datos de seguridad.
- Neutralizar la solución básica y desechar profesionalmente.
- Tenga cuidado con el manejo de las mangueras. Pueden contener residuos de la solución corrosiva.

- ▶ Termine el software de control y evaluación y realice una limpieza del sistema.
 - ✓ El sistema de hidruro/Hg fluye las mangueras con agua destilada y las bombea vacías después de la eliminación de la solución de enjuague.
- ▶ Relajar la manguera de bombeo soltando las cintas de las mangueras.
- ▶ Apague el sistema de hidruro/Hg y AAS. Desconecte el cable de alimentación de la conexión.
- ▶ Suelte todos los cables de conexión a la AAS y la unidad de cubetas.
- ▶ Deje enfriar la unidad de la cubeta.
 - ⚠ ¡PRECAUCIÓN! En la unidad de la cubeta hay riesgo de quemaduras.
- ▶ Suelte la manguera de la cubeta que conecta el sistema de hidruro/Hg con la unidad de cubeta en la AAS.
- ▶ Retire la cubeta de la unidad de la cubeta.

- ▶ Desinstale la unidad de cubetas.
- ▶ Vacíe la botella de almacenamiento y enjuague.
- ▶ Afloje el recipiente reactor con una rotación del módulo batch.
- ▶ Embale los extremos de las mangueras abiertas en bolsas protectoras y fíjelas al dispositivo, por ejemplo, con cinta adhesiva.
- ▶ Empaquete los accesorios con cuidado. Asegúrese de que las piezas de vidrio empaquetado a prueba de roturas.
- ▶ Empaque el dispositivo y accesorios en el embalaje original.
 - ✓ El dispositivo es seguro para el transporte.

8.1.2 Recolocación del equipo en el laboratorio



PRECAUCIÓN

Peligro de lesiones durante el transporte

Si el equipo se cae, existe peligro de lesiones y el equipo puede resultar dañado.

- Tenga cuidado al mover y transportar el equipo.

Tenga en cuenta lo siguiente al recolocar el equipo en el laboratorio:

- ¡Existe peligro de lesión por piezas no aseguradas apropiadamente!
Antes de mover el equipo, retire todas las piezas sueltas y desconecte todas las conexiones de la unidad.
- Como el equipo no dispone de asas de transporte, debe sujetarlo con ambas manos por la parte inferior.
- Observar los valores de referencia y atenerse a los valores límite prescritos por ley para el levantamiento y transporte de cargas sin equipos auxiliares.
- Observar las condiciones de instalación en la nueva ubicación.

8.1.3 Restablecer dispositivo en el caso de servicio

- ▶ Limpie todo el equipo de contaminación biopeligrosa, química o radiactiva.
- ▶ Recibirá un protocolo de descontaminación por parte del servicio al notificar la devolución. Rellene el formulario y adjunte la declaración de descontaminación firmada en el exterior del envío.
- ▶ Para el envío, utilice únicamente el embalaje original e introduzca el seguro de transporte. Si el embalaje original ya no está disponible, póngase en contacto con Analytik Jena o con su distribuidor local.
- ▶ Etiquete el envase con la etiqueta de advertencia:
"PRECAUCIÓN: EQUIPO ELECTRÓNICO SENSIBLE".
- ▶ Adjunte una hoja con los siguientes datos:
 - Nombre y dirección del remitente
 - Nombre y teléfono de una persona de contacto para posibles consultas
 - Una descripción detallada del error, bajo qué circunstancias y en qué situaciones se produce el error.

8.2 Almacenamiento



AVISO

Peligro de daños en el equipo por influencias medioambientales

¡Las influencias medioambientales y la formación de agua de condensación pueden provocar el deterioro de componentes del equipo!

- Solo es posible un almacenamiento del equipo en lugares climatizados.
- Asegúrese de que la atmósfera esté libre de polvo y vapores corrosivos.

Si el equipo no se instala inmediatamente después del suministro o si no se utiliza durante un tiempo prolongado, deberá almacenarlo dentro de su embalaje original. Es necesario incluir un agente secante apropiado en el embalaje y/o en el equipo para evitar daños por humedad.

Para conocer los requerimientos sobre condiciones climáticas del lugar de almacenaje.

9 Desechado

Los materiales auxiliares y de trabajo y sus recipientes no se deben eliminar como residuos domésticos ni dejar que lleguen a la canalización o a la tierra. El líquido residual del sistema de hidruro/Hg y el automuestreador debe recolectarse en la botella resistente de 10 l que pertenezcan al alcance de la entrega del aparato AAS. Para la eliminación de los residuos, se deben observar las disposiciones respectivas.

Al fin de su vida útil, el equipo y sus componentes electrónicos deben ser eliminados como chatarra electrónica según las disposiciones vigentes.

10 Especificaciones

10.1 Datos técnicos

Datos generales	Denominación/Tipo	HS 55
	Dimensiones (An x Al x Pr)	360 x 370 x 240 mm
	Masa	14 kg
Datos de funcionamiento	Tipo de funcionamiento	Funcionamiento batch (discontinuo)
	Elementos determinables	As; Bi; Hg; Sb; Se; Sn; Te
	Tecnologías (Dependiendo de la configuración)	■ Tecnología de hidruro ■ Hg-Técnica de vapor frío sin enriquecimiento ■ Hg-Técnica de vapor frío con enriquecimiento ■ Tecnología HydrEA
	Agente reductor	NaBH ₄ 1,0 % con NaOH 0,3 % Alternativa: SnCl ₂ 2 ... 5 % (solo para determinación Hg)
Grupos de función principales	Unidad de cubetas	Calefacción: eléctrica, estabilidad de temperatura: ±10 °C Temperatura para elementos formadores de hidruro 600 ... 950 °C Temperatura para Hg: Temperatura ambiente o 150 °C
	Cubetas de absorción	Cubeta de cuarzo con mirillas de cuarzo desmontables: Longitud 140 mm, ID 15 mm Cubeta Hg (opcional): Longitud 200 mm
	Bomba de manguera de un canal	Transporte de agente reductor ID de manguera Ismaprene = 2,06 mm, velocidad de bomba: en 4 niveles ajustables
	Unidad de reacción	Módulo batch: Vaso de PTFE con suelo cónico
	Hg Plus Upgrade Modul (opcional)	Colector de oro: con 0,5 g aleación de oro y platino AuPt como una red de malla fina. Temperatura de calentamiento: 630 °C, regulada Refrigeración: Ventilador axial
Alimentación de muestras	Automuestreador para AAS (tecnología HydrEA)	Automuestreador tecnología de grafito AS-GF

Suministro de gas	Gas, pureza	Argón 5.0
	Presión de entrada	600 kPa
	Presión de trabajo	150 kPa
	Flujo de gas	■ Gas de purga: 15 l/h ■ Gas de transporte: 6 l/h, 25 l/h, 31 l/h
Parámetros eléctricos	Tensión	Dependiendo del módulo básico: 220 ... 230 V o 100 ... 110 V
	Frecuencia	50/60 Hz
	Fusibles	Juego de fusibles G (5 x 20 mm) F1/F2 ■ T 3,15 A H para 220 ... 230 V ■ T 6,3 A H para 100 ... 110 V
	Consumo de energía (al calentar)	650 VA
	Consumo de energía (en operación continua)	400 VA
	Puertos a AAS.	Tensión eléctrica "input 5 V/24 V"
		Puerto "AAS/RS 232"
Condiciones ambientales	Temperatura durante el funcionamiento	+10 ... +35 °C
	Humedad del aire	≤90 % en 30 °C
	Temperatura durante el almacenamiento	-40 ... +50 °C
	Altura de aplicación máxima recomendada	2000 m (por encima del nivel del mar)

10.2 Normas y directivas

Clase y tipo de protección	El equipo posee la clase de protección I. La carcasa pertenece a la clase de protección IP 20.
Seguridad del equipo	El equipo cumple con las normas de seguridad ■ EN 61010-1 ■ El equipo tiene grado de contaminación 2 y categoría de sobretensión II.
Compatibilidad electromagnética	El equipo ha superado las pruebas de supresión de parásitos e inmunidad de interferencias y cumple con los requisitos de la norma EN 61326-1.
Directivas de la UE	El equipo cumple los requisitos de la directiva europea 2011/65/EU. El equipo se ha construido y probado conforme a normas que cumplen los requisitos de las directivas europeas 2014/35/EU y 2014/30/EU. Al salir de la fábrica, el estado del equipo es técnicamente seguro e inmejorable. Para mantener esta condición y garantizar un funcionamiento seguro, el usuario debe observar las instrucciones de seguridad y las instrucciones de trabajo contenidas en el manual de usuario. Los manuales de usuario de otros fabricantes son fidedignos en lo que respecta a los accesorios y componentes de sistemas suministrados por ellos.
Directivas aplicables para China	El equipo contiene sustancias reglamentadas (según la directiva GB/T 26572-2011). Analytik Jena garantiza que, con el uso previsto del equipo, no se producirán filtraciones de estas sustancias en los próximos 25 años y que, por tanto, dentro de dicho periodo no representan ningún riesgo para el medio ambiente y la salud.

11 Resumen de la revisión

Versión	Entrada en vigor	Modificaciones
A	2019-09	1 Versión Nota: Nueva designación de versiones tras la introducción del sistema de gestión de documentos (A, B, ...)
B	2021-01	Cambio de la forma jurídica de la empresa
C	2021-11	■ Instalación a los modelos actuales de aparatos AAS ■ Inclusión del documento al sistema editorial.

Índice de ilustraciones

Fig. 1	sistema de hidruro/Hg con aparato AAS.....	15
Fig. 2	Vista frontal con grupos de edificios principales.	15
Fig. 3	Esquema de funcionamiento.....	16
Fig. 4	Módulo batch	17
Fig. 5	Colector de oro	19
Fig. 6	Representación gráfica: Recorridos de gas y medición.	20
Fig. 7	Cubeta de cuarzo para tecnología de hidruro.....	22
Fig. 8	Cubeta Hg (hecha de cuarzo, con forma de tulipán)	22
Fig. 9	Unidad de cubeta con cubeta de cuarzo	23
Fig. 10	Pin de seguridad en la placa del horno.....	24
Fig. 11	Soporte y unidad de cubeta para el sistema de hidruro/Hg	24
Fig. 12	sistema de hidruro/Hg instalado en el aparato AAS.....	25
Fig. 13	Conexiones en el lado del dispositivo derecho	26
Fig. 14	Tubería para modo de funcionamiento "Hidruro"/"Hg sin enriquecimiento".....	27
Fig. 15	Tubería para modo de funcionamiento "Hg sin enriquecimiento"	27
Fig. 16	Tubería para modo de funcionamiento "Hidruro"/"Hg sin enriquecimiento".....	28
Fig. 17	Tubería para modo de funcionamiento "Hg sin enriquecimiento"	29
Fig. 18	Conexiones en el lado del dispositivo derecho	34
Fig. 19	Colector de oro	43