

HS50

Quecksilber- / Hydridsystem

Telefon: Hotline: + 49 (3641) 77-7407
 Fax: + 49 (3641) 77-7449
E-Mail: service@analytik-jena.de

Allgemeine Informationen über die **Analytik Jena AG**
im Internet: <http://www.analytik-jena.de>

Copyrights und Warenzeichen

Microsoft, Windows XP, Windows 2000, Windows NT, MS Excel sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corp.

Dokumentationsnummer: 110:105.23

Ausgabe – Dezember 2005

Ausführung der Technischen Dokumentation:

Analytik Jena AG

Diese Publikation beschreibt den Zustand dieses Produktes zum Zeitpunkt der Veröffentlichung und muss nicht mit zukünftigen Versionen des Produktes übereinstimmen.

Änderungen vorbehalten!

© Copyright 2005, Analytik Jena AG



Inhalt

1	Sicherheitshinweise	3
1.1	In diesem Handbuch verwendete Symbole	3
1.2	Bestimmungsgemäße Verwendung	3
1.3	Sicherheitshinweise	4
2	Techniken und Übersicht der Hg / Hydridsysteme	7
2.1	Die Hydridtechnik.....	7
2.2	Die Kaltdampftechnik.....	7
2.3	Die HydrEA-Technik	7
2.4	Übersicht der Hg / Hydridsysteme	8
2.5	Das Hg/Hydrid-System HS50	9
3	Spezifikationen	11
4	Richtlinien und Normen	13
5	Aufstell- und Transportbedingungen	15
6	Funktion und Aufbau des HS50	17
6.1	Funktionsprinzip.....	17
6.2	Hauptfunktionsgruppen.....	18
6.2.1	Batch-Modul.....	18
6.2.2	Vorratsflasche.....	18
6.2.3	Pneumatik	18
6.3	Voraussetzung für die Messung	19
6.4	Messablauf	19
7	Installation und Inbetriebnahme	21
7.1	Batch-Einrichtung installieren	21
7.2	Küvettenhalter komplettieren und installieren.....	22
8	Pflege und Wartung	25
8.1	Sicherheitshinweise	25
8.2	Tägliche Wartungsarbeiten nach Abschluss der Messungen	25
8.3	Dosierschlauch prüfen, kürzen und wechseln	25
8.4	Flanschdichtung im Batch-Modul prüfen und wechseln	25
8.5	Küvettenfenster und Küvette reinigen	26

1 Sicherheitshinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des HS50 sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Hinweise dieses Handbuchs sowie alle Meldungen und Hinweise, die von der Steuersoftware auf dem Bildschirm angezeigt werden.

1.1 In diesem Handbuch verwendete Symbole

Nachfolgend erläuterte Warn- und Sicherheitssymbole werden in dieser Bedienungsanleitung verwendet:



Gefahr!

Dieses Symbol bzw. das Signalwort „Gefahr“ kennzeichnen eine ernsthafte Gefahr für Leib und Leben, die unmittelbar entstehen kann.



Achtung!

Dieses Symbol, gekoppelt mit dem Signalwort „Achtung“, kennzeichnet eine Gefahr, die für das Gerät entstehen kann.



Gefahr!

Heiße Oberfläche!



Gefahr!

Berührunggefährliche elektrische Spannung!

1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Das HS50 darf nur in Verbindung mit einem Atomabsorptionsspektrometer der Analytik Jena verwendet werden. Abweichungen von der in diesem Dokument beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen zu Einschränkungen der Gewährleistung und der Herstellerhaftung im Schadensfall.

Werden im Umgang mit dem HS50 die Sicherheitshinweise nicht beachtet, gilt dies als Abweichung von der bestimmungsgemäßen Verwendung. Sicherheitshinweise finden sich am Gerät selbst, im Abschnitt 1.3 „Sicherheitshinweise“ S.4 und bei der Beschreibung der jeweiligen Arbeitsschritte.

1.3 Sicherheitshinweise



Örtliche Vorschriften

Beachten Sie die örtlichen Sicherheitsvorschriften, die für den Betrieb des Gerätes zutreffen (z. B. Arbeitsschutzvorschriften, Unfallverhütungsvorschriften, Vorschriften zum Umweltschutz).

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die zu beachtenden Arbeitsschutzvorschriften.



Personal

Das HS50 darf nur von qualifiziertem Personal betrieben werden, das für diese Arbeit zusätzlich unterwiesen ist. Zur Unterweisung gehört das Vermitteln der Inhalte dieses Handbuchs und des Handbuchs zum AAS-Gerät.



Aufstellen und Erstinbetriebnahme

Das HS50 wird in Verbindung mit dem AAS-Gerät durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von der Analytik Jena autorisierte Personen oder bei Nachrüstung durch den Anwender selbst aufgestellt und installiert. Bei Nachrüstung durch den Anwender müssen besonders alle Sicherheitsvorschriften beachtet werden! Jeder unbefugte Eingriff gefährdet die Funktionssicherheit des Gerätes und schränkt Gewährleistungsansprüche ein.



Sicherheitseinrichtungen

Tragen Sie Sorge dafür, dass die Sicherheitseinrichtungen des HS50 immer vorhanden und funktionsfähig sind.



Betrieb nur mit 50mm-Brenner mit Luft-Acetylen-Flamme

Betreiben Sie das HS50 nur mit einem 50mm-Brenner mit Luft-Acetylen-Flamme. Der Betrieb mit **Lachgas-Acetylen-Flamme ist verboten!**



Betriebsstoffe, gefährliche Stoffe

Der Betreiber trägt die Verantwortung für die Auswahl der im Prozess eingesetzten Substanzen sowie für den sicheren Umgang mit diesen. Das betrifft insbesondere radioaktive, infektiöse, giftige, ätzende, brennbare, explosive oder anderweitig gefährliche Stoffe.

Beim Umgang mit gefährlichen Stoffen müssen die örtlich geltenden Sicherheitsanweisungen und Standortvorschriften eingehalten werden.

Der Betreiber ist verantwortlich für das Sammeln und die ordnungsgemäße Beseitigung von Abfall.

Hinweise auf den Etiketten immer beachten.

Verwenden Sie nur beschriftete Gefäße sowie Schutzbrille und Gummihandschuhe.

Das HS50 darf in Verbindung mit dem AAS-Gerät nur unter einem aktiven **Gasabzug** betrieben werden.

Reinigungsarbeiten mit Flusssäure und konzentrierter Salzsäure müssen in einem **Abzugschrank** ausgeführt werden.

Beim Umgang mit Flusssäure und konzentrierter Salzsäure müssen **Gummischürze, Handschuhe und Gesichtsmaske** getragen werden.

Vorsicht! Natriumborhydrid (NaBH_4) ist stark ätzend, hygroskopisch und in Lösung äußerst aggressiv. Abtropfen und Verspritzen von Reduktionsmittellösung vermeiden.

Biologische Proben müssen nach den örtlichen Vorschriften für den Umgang mit infektiösem Material behandelt werden.



Betrieb von Druckgasbehältern und -anlagen

Das Inertgas wird einem Druckgasbehälter oder einer lokalen Druckgasanlage entnommen.

Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.

Der Betreiber muss sicherstellen, dass die an der Auslassseite der Gasdruckregler verwendete Anschlussart den geltenden nationalen Anforderungen genügt.

Hochdruckschläuche und Druckminderer dürfen nur für das betreffende Gas verwendet werden.

Der Betreiber muss monatlich sicherheitserforderliche Dichtheitsprüfungen an Gasversorgung und Gasanschlüssen bis hin zum Gerät durchführen. Dazu ist möglicher Druckabfall von druckbelasteten, geschlossenen System und Leitungen festzustellen. Undichtheiten sind zu lokalisieren und sofort zu beseitigen.



Hohe Temperaturen

Hohe Temperaturen entstehen bei geheizter Küvette. Abkühlzeit auf Raumtemperatur (1h) beachten!

Berühren Sie die heißen Teile nicht während oder unmittelbar nach einer Messung.

Wartungsarbeiten und Wechsel der Atomisierungstechnik nur nach ausreichend langer Abkühlphase vornehmen.

Brennbare Materialien von der Küvette fernhalten.



Reinigung und Wartung

Eingriffe im HS50, Pflege-, Wartungs- und Reparaturarbeiten dürfen nur vom Kundendienst der Analytik Jena oder durch vom Hersteller autorisierte Fachkräfte vorgenommen werden. Ausnahme sind die im Kapitel „Pflege und Wartung“ aufgeführten Tätigkeiten. Bei Nichtbefolgen besteht die Gefahr, das Gerät zu dejustieren oder zu zerstören.

Die äußere Reinigung des HS50 nur mit leicht angefeuchtetem, **nicht tropfendem** Tuch vornehmen.



Wasserstoffbildung bei Hydridreaktionen

Bei der Reaktion von Natriumborhydrid mit der sauren Probenlösung wird Wasserstoff freigesetzt. Die Bildung heißer explosiver Wasserstoff-Luft-Gemische in der Küvette muss ausgeschlossen werden. Die Gasführung vom Reaktionsgefäß bis zum Austritt aus der Küvette muss sauerstofffrei gehalten werden. Treffen sie dazu folgende Maßnahmen:

- Reaktionsbecher während der Reaktions- und Messzeit nicht abnehmen.
- Küvette mit Fenstern immer gasdicht verschließen. Schon bei kleinen Ausbrüchen an den Stirnflächen der Küvette ist diese auszutauschen.



Schaumbildung in der Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik

Zeigt die Probe starke Schaumbildung, sind der Probe einige Tropfen Entschäumer zuzusetzen:

(Dow-Corning DB110A, Silikonentschäumer, Octanol oder Isoamylalkohol)

Bei unbekanntem Proben die Schaumbildung in einem Testlauf feststellen, dabei Reaktionsbecher unter die Pipettenspitze halten.

Wird bei zu heftiger Reaktion Schaum zur Quarzküvette mitgerissen, Messvorgang sofort stoppen.

2 Techniken und Übersicht der Hg / Hydridsysteme

2.1 Die Hydridtechnik

Die Hydridtechnik ermöglicht die Bestimmung der hydridbildenden Elemente As, Bi, Sb, Se, Sn und Te unter weitgehender Matrixabtrennung. Sie nutzt die Tatsache, dass der bei der Reaktion des Reduktionsmittels Natriumborhydrid NaBH_4 mit den schwach bis stark sauren Probenlösungen freigesetzte Wasserstoff mit den Metallionen gasförmige Metallhydride bildet. Die Metallhydride werden vom Trägergas Argon und freigesetzten Wasserstoff zur beheizten Quarzküvette transportiert, wo sie durch Stoßprozesse mit Gasteilchen und der Kieselglaswand bei Temperaturen von 850°C bis 1000°C (je nach Element) stufenweise zerlegt werden, bis freie Metallatome vorliegen. Diese absorbieren die Primärstrahlung auf der Resonanzlinie.

Der Vorteil der Hydridtechnik besteht darin, dass spektrale Interferenzen praktisch ausgeschlossen werden, da nur das zu bestimmende Element als gasförmiges Metallhydrid in den Atomisator gelangt.

2.2 Die Kaltdampftechnik

Mit der Kaltdampftechnik wird Quecksilber bestimmt. Als Reduktionsmittel kommt neben Natriumborhydrid NaBH_4 auch Zinnchlorid SnCl_2 zum Einsatz. Die Reaktion des Reduktionsmittels mit der sauren Probenlösung führt direkt zur Freisetzung atomaren Hg-Dampfes, der vom Trägergas Argon zur Quarzküvette transportiert wird. Die freien Hg-Atome absorbieren die Primärstrahlung auf der Resonanzlinie. Das Aufheizen der Küvette von Raumtemperatur auf 150°C verringert Untergrundstörungen durch Feuchtigkeit.

2.3 Die HydrEA-Technik

Die HydrEA-Technik ist die Kopplung von Hydrid- bzw. Hg-Kaltdampftechnik mit der Graphitrohrtechnik für die hochempfindliche selektive Bestimmung der hydridbildenden Elemente As, Bi, Sb, Se, Sn und Te und von Hg mit dem elektrothermischen Atomisator.

Das Hg/Hydridsystem erzeugt die gasförmigen Metallhydride bzw. den atomaren Hg-Dampf, die vom Trägergas Argon über die Mikropipettiereinheit MPE 60 in den Graphitrohrföfen eingeleitet und bei 300°C Vorheiztemperatur auf dem Iridium-beschichteten Standardrohr für Wandatomisierung angereichert werden. Die auf dem Edelmetall Iridium angelagerten Metallhydride bzw. Hg-Atome atomisieren bei 2100°C bzw. 800°C , die erzeugte Atomdampf Wolke absorbiert die Primärstrahlung auf der Resonanzlinie.

2.4 Übersicht der Hg / Hydridsysteme

Die Palette der Hg/Hydridsysteme reicht vom einfachsten Batchsystem für Anwender mit geringem Probenaufkommen und geringen Leistungsanforderungen bis zum vollautomatischen kontinuierlichen Gerät mit Batchsystem.

- HS 50: Einfachstes Batchsystem mit pneumatischem Wirkprinzip.
Die Quarzküvette wird durch die Acetylen-Luft-Flamme geheizt.
- HS 55: Batchsystem mit elektrisch beheizter Küvetteneinheit, aber ohne Anreicherungseinheit für Hg.
Die Reduktionsmittellösung wird per 1-Kanal-Schlauchpumpe dosiert.
- HS 55A: wie HS55, aber mit Goldkollektor zur Anreicherung von Hg.
- HS 60: Hg-Hydridsystem für kontinuierlichen und Batch-Betrieb mit elektrisch beheizter Küvetteneinheit und automatischer Gaswegumschaltung, aber ohne Hg-Anreicherungseinheit. Zur Automatisierung kann ein Autosampler verwendet werden.
- HS 60A: wie HS 60, aber mit Goldkollektor zur Anreicherung von Hg.

Für wesentliche Baugruppen wie die Küvetteneinheit, die Steuerleiterplatte, das Batch-Modul, die 1-Kanal-Schlauchpumpe und die Hg-Anreicherungseinheit gibt es eine optimierte einheitliche Lösung für alle betreffenden Geräte.

Die Hg / Hydridsysteme können unabhängig vom Ausrüstungsgrad für die zuvor beschriebenen Techniken eingesetzt werden.

2.5 Das Hg/Hydrid-System HS50



Abb. 2-1 HS 50 im novAA 300 eingebaut

Das Hg/Hydrid-System HS50 ist ein rein pneumatisches Batch-System für den manuellen Betrieb. Die Reduktionsmittellösung wird pneumatisch umgedrückt, die Quarzküvette wird durch die Flamme geheizt.

Das HS50 ist für Anwender mit geringen Probenaufkommen und moderaten Anforderungen an die Reproduzierbarkeit der Messungen um 5% vorgesehen.

Das HS50 besteht aus Batch-Einrichtung und Küvettenhalter mit Quarzküvette.

Die Batch-Einrichtung wird in den Flammenprobenraum eingehängt. Der Küvettenhalter wird auf den 50mm-Einschlitz-Brenner aufgesetzt. Die Quarzküvette wird für die Bestimmung der hydridbildenden Elemente durch die Luft-Acetylen-Flamme geheizt.

An der Unterseite der Batch-Einrichtung befinden sich gut zugänglich das Batch-Modul und die Vorratsflasche für das Reduktionsmittel.

Das HS50 wird auf einfache Weise von der AAS-Software zeitgesteuert.

3 Spezifikationen

Techniken:	Hydridtechnik Hg-Kaltdampftechnik ohne Anreicherung
Betriebsarten:	Diskontinuierlich (Batch-Betrieb)
Bestimmbare Elemente:	As, Bi, Hg, Sb, Se, Sn, Te

Reagenzien:

Reduktionsmittel (RM):	Natriumborhydrid NaBH_4 mit Ätznatron NaOH im Verhältnis 3:1 Alternativ für die Hg-Bestimmung: Zinn II chlorid SnCl_2
Richtwerte für Konzentration:	NaBH_4 : 1% / 0,33% SnCl_2 : 5%

Hauptfunktionsgruppen

Reaktionseinheit	Batch-Modul: PTFE-Becher mit kegelförmigen Boden
Vorratsflasche	300 mL
Küvettenhalter	Angepasst zum 50mm-Brenner
Quarzküvette	Länge: 140 mm, in der Mitte eingeschnürt ID 16 / 8 mm mit abnehmbaren Quarzfenstern

- Heizung: Luft-Acetylen-Flamme

Hydridbildner	Verhältnis Acetylen/Luft	0,15
	Temperatur	940 °C
Quecksilber	Verhältnis Acetylen/Luft	0,09
	Temperatur	Raumtemperatur oder brenngasarme Flamme

- Inertgas Argon

Reinheit	mindestens 99,999Vol%	
Eingangsdruck	3-6 bar	
Arbeitsdruck	0,5 bar	
Gasflüsse	F1 = 15 L/h	(TRANSPORT GAS)
	F2 = 12 L/h	(PURGE GAS)

Spezifikationen

Umgebungsbedingungen:

Korrosionsschutz:	korrosionsfest gegen die zum Einsatz kommenden Analyseproben
Arbeitstemperatur:	+10°C bis +35°C
Luftfeuchte:	max. 90% bei +30°C
Lager- und Transporttemperatur:	-40°C bis +50°C nach DIN 58390-2

Abmessungen (BxHxT) [mm]

Batch-Einrichtung	270 mm x 210 mm x 190 mm
Küvettenhalter	160 mm x 120 mm x 50 mm

Masse:

Batch-Einrichtung	2 kg
Küvettenhalter	0,25 kg

4 Richtlinien und Normen

Schutzgrad	Das Gehäuse des HS50 hat die Schutzart IP44.
Gerätesicherheit:	Das HS50 erfüllt die Normen IEC61010-1 und IEC61010-2-061.
EG-Richtlinien	Das HS50 ist gemäß den Richtlinien 73/23/EWG sowie 89/336/EWG gebaut und geprüft.

5 Aufstell- und Transportbedingungen

Das Hg/Hydridsystem wird im allgemeinen zusammen mit dem AAS-Gerät durch den Kundendienst der Analytik Jena oder von der Analytik Jena autorisierte Personen aufgestellt. Als Nachlieferung kann es durch das Personal des Betreibers aufgestellt werden.

Der Betreiber ist verantwortlich für alles, was nicht unmittelbar zum Lieferumfang gehört, aber für das Betreiben des Hydridsystems notwendig ist. Der Betrieb setzt bestimmte örtliche und anlagentechnische Gegebenheiten voraus. Lesen Sie deshalb das Kapitel „Aufstellungsbedingungen“ in Ihrem Handbuch zum AAS-Gerät sorgfältig durch.



Gefahr! Ätzende Stoffe!

Vor dem Umsetzen des Geräts alle Schläuche gründlich spülen, damit weder Proben- noch Reduktionsmittellösung oder Säure aus den Ansaugschläuchen bzw. Restflüssigkeit aus dem Ablaufschlauch tropfen kann. Die genannten Flüssigkeiten sind aggressiv und greifen die Kleidung an.

6 Funktion und Aufbau des HS50

6.1 Funktionsprinzip

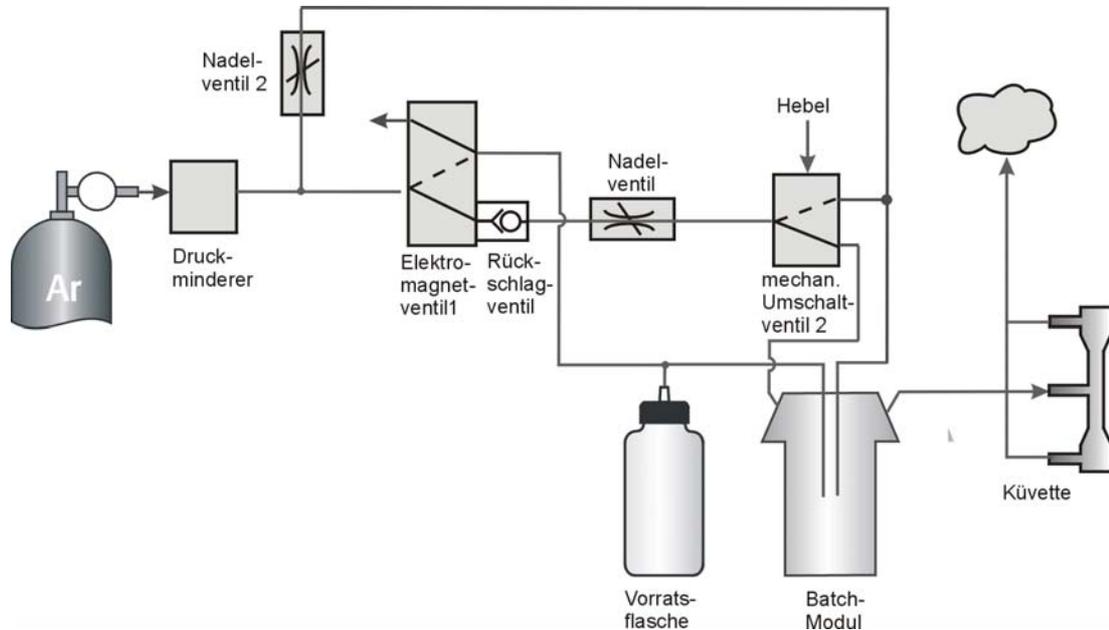


Abb. 6-1 Funktionsschema des HS 50

Das HS50 arbeitet i. a. mit Natriumborhydrid NaBH_4 als Reduktionsmittel. Für die Hg-Bestimmung kann auch Zinn-II-Chlorid SnCl_2 eingesetzt werden. Als Träger- und Spülgas dient Argon.

Sobald die Argon-Versorgung geöffnet wird, fließen zwei Gasströme durch die Einrichtung:

Gasfluss F1 15 L/h als Spül- und Transportgasstrom durch den Reaktionsbecher "TRANSP:GAS"

Gasfluss F2 12 L/h durch die Pipettenspitze des Batch-Moduls zum Boden des Reaktionsbechers, fördert die Reaktion. "PURGE GAS"

Die Gasflüsse sind durch Nadelventile fest eingestellt.

Die Probe wird in den Reaktionsbecher pipettiert (max. 30 mL), dieser wird in den Kopf des Batch-Moduls geklemmt.

Der Reaktionsbecher wird durch den Argonstrom von Luft frei gespült. Sobald das Elektromagnetventil bestromt wird und schaltet, fließt F1 in die Vorratsflasche, wo es einen Druck aufbaut und das Reduktionsmittel in den Becher drückt. Die Reaktion setzt gasförmiges Metallhydrid bzw. atomaren Hg-Dampf frei. Diese werden vom Argonstrom und ebenfalls freigesetzten Wasserstoff in die Quarzküvette geleitet. Wird das Ventil nicht mehr bestromt kehrt es in seinen Ausgangszustand zurück. F1 strömt wieder durch den Reaktionsbecher und spült diesen frei. Gleichzeitig wird die Vorratsflasche belüftet, der Reduktionsmittelfluss reißt ab. Nach dem Messablauf wird der Reaktionsbecher abgenommen, gespült und mit neuer Probe beaufschlagt.

Umschalten auf SnCl₂

Wird SnCl₂ als Reduktionsmittel für die Hg-Bestimmung eingesetzt, muss das Handventil auf Stellung "SnCl₂" geschaltet werden. Damit wird der Gasfluss F1 neben F2 durch die Pipettenspitze zum Boden des Reaktionsbechers gezwungen. Beide Gasflüsse perlen durch die Probe und fördern deren Reaktion mit SnCl₂.

6.2 Hauptfunktionsgruppen

6.2.1 Batch-Modul

Das Batch-Modul besteht aus:

- Kopf mit:
 - Gaszuführungen „TRANSPORT GAS“ (F1 = 15 L/h) und „PURGE GAS“ (F2 = 12 L/h)
 - Gasausgang „TO TUBE“
 - Flanschdichtung für Reaktionsbecher
 - Dosierspitze
- Reaktionsbecher mit kegelförmigen Boden für Probenvolumina von 1-30 mL.

Reduktionsmittel und Gasfluss F2 werden durch die Dosierspitze bis zum Boden des Reaktionsbechers geführt. Die Reaktion mit der Probe setzt von unten ein und wird durch das freigesetzte Reaktionsgas sowie den Gasfluss F2 beschleunigt. Der Gasfluss F1 tritt oben in den Reaktionsbecher ein und dient dem Transport.

6.2.2 Vorratsflasche

Die 300mL-Vorratsflasche für das Reduktionsmittel ist im angeschraubten Zustand gasdicht verschlossen. Wird Argon eingeleitet, baut sich ein Überdruck auf, der das Reduktionsmittel durch den Dosierschlauch in den Reduktionsbecher drückt.

6.2.3 Pneumatik

Die Pneumatik umfasst:

- Druckminderer zur Einstellung des Arbeitsdrucks
- 2 Nadelventile zur Begrenzung der Gasströme F1 und F2
- Elektroventil 1: schaltet Gasstrom F1 vom Batch-Modul zur Vorratsflasche und zurück und belüftet Vorratsflasche
- Mechanisches Umschaltventil 2 mit Hebel: schaltet bei Hg-Bestimmung mit SnCl₂ den Gasstrom F1 auf die Dosierspitze

6.3 Voraussetzung für die Messung



Achtung! Luft-Acetylen-Flamme verwenden!

Für das Heizen der Küvette darf nur die Luft-Acetylen-Flamme des 50mm-Brenners verwendet werden.

1. Unter "AASini" und "Verfügbare Techniken" muss im Auswahlfeld "HS50" aufgeschaltet sein. ("AASini" wird im Vorschaltbild durch gleichzeitige Betätigung von "ALT" und "." freigeschaltet.)
2. Die Bestimmung der hydridbildenden Elemente erfolgt bei geheizter Küvette.
3. Für die Flamme wird ein Acetylen/Luft-Verhältnis von 0,15 empfohlen. Bei einem Acetylen/Luft-Verhältnis $>0,16$ verrußt bereits die Küvette an der Unterseite. Die Rußablageung behindert die Wärmezufuhr.
4. **Achtung!** Zum Zünden der Flamme muss der Küvettenhalter mit Küvette abgenommen werden. Der Küvettenhalter wird bei brennender Flamme zügig aufgesetzt, damit nicht der Flammenwächter aufgrund der Unterbrechung der Flammenemissionsstrahlung anspricht.
5. Die Hg-Bestimmung erfolgt bei Raumtemperatur oder brenngasarmer Flamme. Für Raumtemperaturbedingungen müssen Brenner, Küvettenhalter und Küvette abgekühlt sein.

6.4 Messablauf

Das AAS-Gerät muss unter Flammentchnik betrieben werden. Es arbeitet mit Peakflächen- oder Peakhöhenintegration. Probengeber und Injektionsschalter sind weggeschaltet. Die Integrationszeit muss so lang gewählt werden, dass in der Zeitspanne das gesamte Signal erfasst wird. Ggf. kann eine Verzögerungszeit vorgeschaltet werden.

Der Messablauf gliedert sich in die Abschnitte: Vorspülen – Nullabgleich – Reaktion/Integration.

Während der Vorspülzeit wird der Reaktionsbecher von Luft freigespült. Das Vorspülen entfällt bei der Hg-Bestimmung, weil der Argonfluss bereits Hg aus der Probe austreibt.

Während der Reaktionszeit wird Reaktionsmittel in den Reaktionsbecher umgedrückt. Reaktionszeit und Integration beginnen zur gleichen Zeit.

Mit Start des Messablaufs durch "Start Ext" oder "Start Konz." oder "Zeile messen" erscheint folgendes Fenster:

Funktion und Aufbau des HS50

Messablauf



Abb. 2 Dialogfenster von WinAAS zur Ansteuerung des HS50

In dem Fenster wird die Vorspülzeit und Reaktionszeit frei eingegeben. Bei Hg muss die Vorspülzeit "0" eingestellt werden. Nachdem gemäß dem Aufruf der neue Reaktionsbecher angesetzt wurde, muss sofort die Bestätigung mit [OK] erfolgen, da Argon bereits den Becher frei spült. Die Vorspülzeit wird im Fenster zurückgezählt.

An das Vorspülen schließt sich der Nullabgleich an über die unter "Integration" eingegebene AZ-Zeit an.

Daraufhin schaltet das Elektroventil und gibt den Reduktionsmitteltransport frei. Gleichzeitig startet die Integrationszeit und der Signalverlauf wird geschrieben.

Nach Ablauf der Reaktionszeit schaltet das Ventil zurück, der Reduktionsmittelfluss wird unterbrochen.

Der Messablauf ist beendet sobald die Integrationszeit abgelaufen ist und das Signal wieder die Nulllinie erreicht hat.

Empfohlene Einstellung:

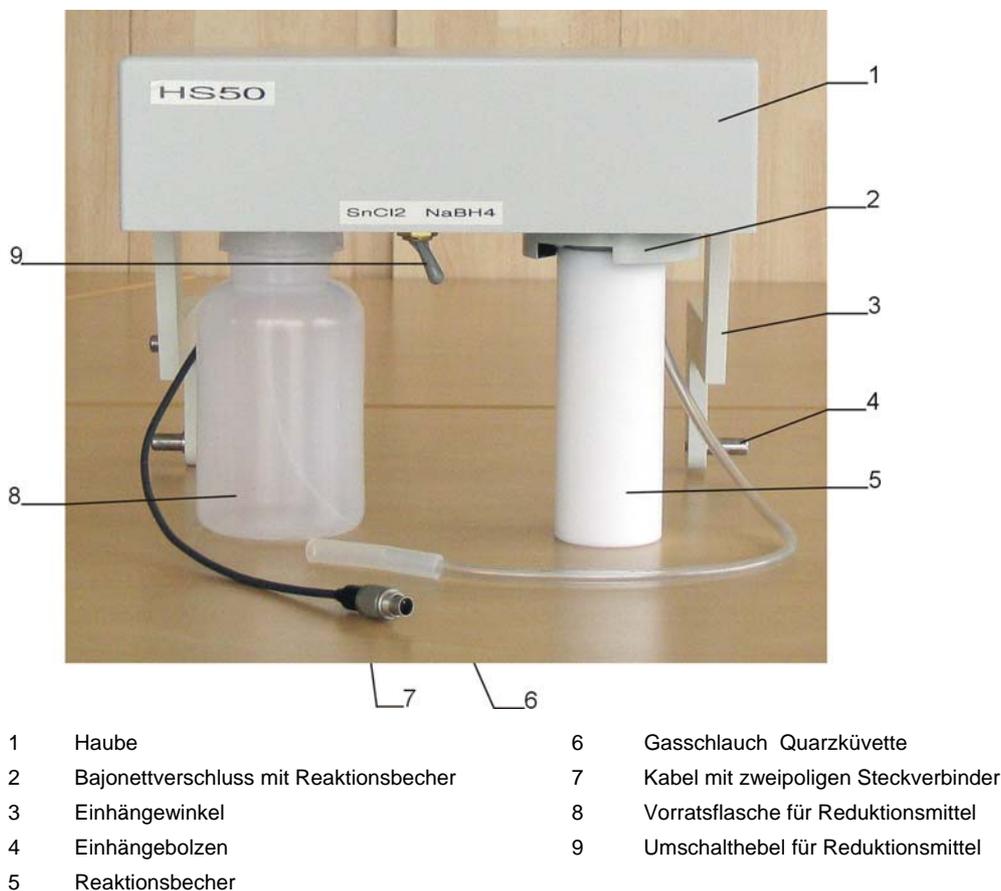
Integrationsart	Integralwert
Glättung	Golay-Sawitzky mit 25 Punkten
Integrationszeit	45 s (Te:25 s)
AZ-Zeit	2 s
Autosampler	kein
Injektionsschalter	aus

Hydridparameter:

Element	Vorspülzeit	Reaktionszeit	Konz. NaBH ₄	Säure
As	40 s	8 s	1%	3% HCl
Bi	15 s	5 s	1%	3% HCl
Hg	0	5 s	1%	3% HNO ₃
Sb				
Se	40 s	10 s	1%	3% HCl
Te	30 s	15 s	1,5%	3% HCl

7 Installation und Inbetriebnahme

7.1 Batch-Einrichtung installieren



- | | | | |
|---|--|---|--------------------------------------|
| 1 | Haube | 6 | Gasschlauch Quarzküvette |
| 2 | Bajonettverschluss mit Reaktionsbecher | 7 | Kabel mit zweipoligen Steckverbinder |
| 3 | Einhängewinkel | 8 | Vorratsflasche für Reduktionsmittel |
| 4 | Einhängebolzen | 9 | Umschalthebel für Reduktionsmittel |
| 5 | Reaktionsbecher | | |

Abb. 7-1 HS 50 Batch-Einrichtung

1. Batch-Einrichtung in den Flammenprobenraum einhängen.
2. Kabel der Batch-Einrichtung auf den 2poligen Anschluss "SFS 6" des Injektionsschalters im Probenraumstecken:

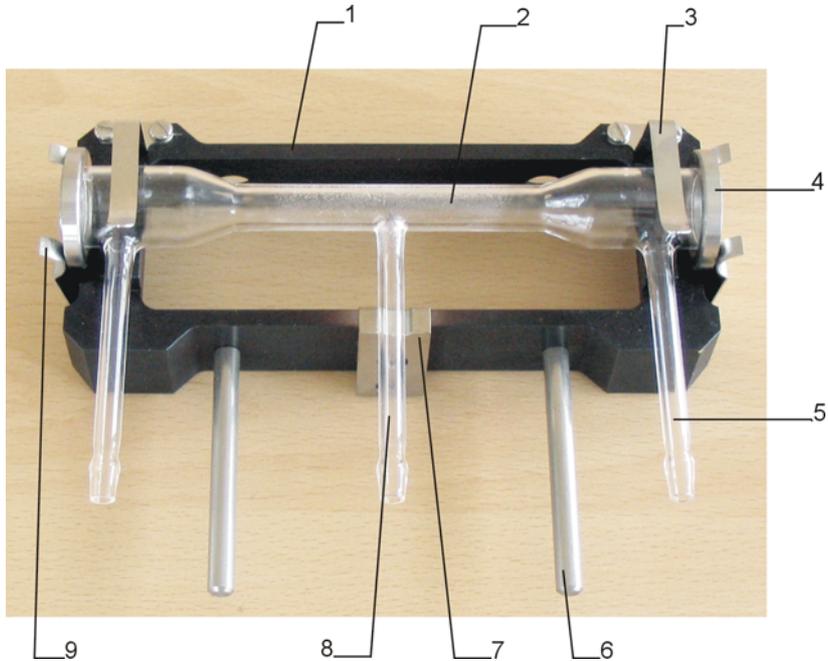
novAA 300	Linke Probenraumwand
novAA 400	Schwenkarm
Zeenit 700 / contrAA [®] 300 / contrAA [®] 700	rechte Probenraumwand
3. Argonschlauch an der Unterseite der Batch-Einrichtung anschließen.
4. Gasschlauch zur Küvette auf den mittleren Küvettenstutzen stecken.
5. Vorratsflasche mit Reduktionsmittel-Lösung füllen:
 NaBH₄ für Hydridbildner und Quecksilber
 SnCl₂ als alternatives Reduktionsmittel für Quecksilber
Achtung! Wechsel zwischen NaBH₄ und SnCl₂ vermeiden.

Installation und Inbetriebnahme

Küvettenhalter komplettieren und installieren

6. Bei Hg-Bestimmung mit SnCl_2 als Reduktionsmittel: Schalter an der Unterseite von NaBH_4 auf SnCl_2 stellen.

7.2 Küvettenhalter komplettieren und installieren

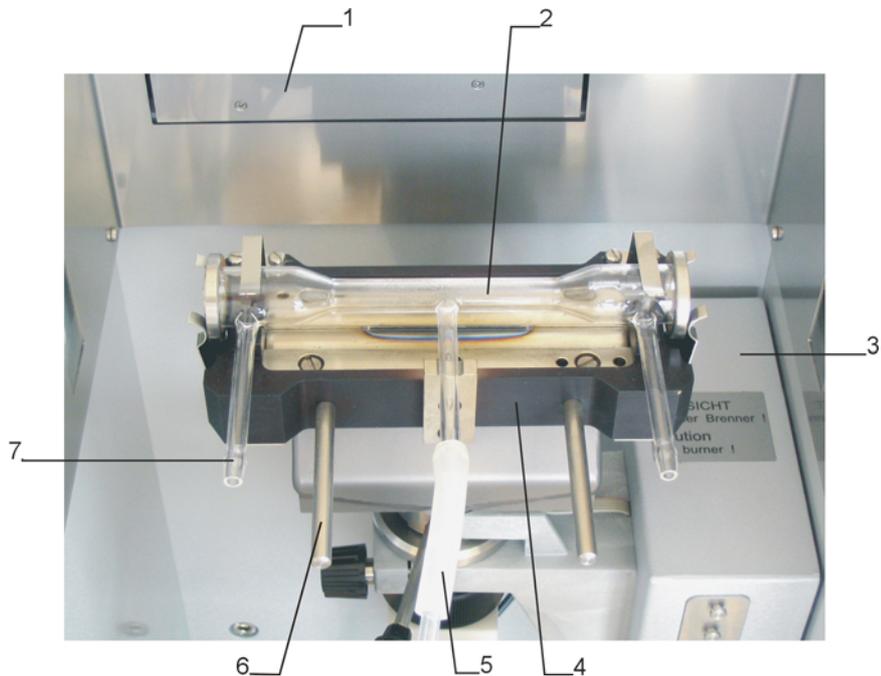


- | | | | |
|---|--------------------------|---|---|
| 1 | Küvettenhalter | 6 | Griff des Küvettenhalters |
| 2 | Quarzküvette | 7 | Auflagebock für mittleren Küvettenstutzen |
| 3 | Andruck-Feder | 8 | Einlass-Stutzen (mittlerer Stutzen) |
| 4 | Fassung mit Quarzfenster | 9 | Federblech für Fassung |
| 5 | Auslass-Stutzen | | |

Abb. 7-2 Küvettenhalter mit Küvette

Installation und Inbetriebnahme

Küvettenhalter komplettieren und installieren



- | | | | |
|---|--------------------------------|---|----------------------------|
| 1 | Zündarm im Probenraum | 5 | Gasschlauch vom Batchmodul |
| 2 | Quarküvette auf Küvettenhalter | 6 | Griff des Küvettenhalters |
| 3 | Höhenverstellung | 7 | 50mm-Brenner |
| 4 | Küvettenhalter | | |

Abb. 7-3 Küvettenhalter auf Brenner gesetzt

1. Quarz-Küvette in den Küvettenhalter legen und mit Federn andrücken.
2. Fassung mit Quarzfenster auf die Küvettenenden stecken und mit Federblech andrücken.
3. 50mm-Brenner auf den Brennerhals setzen und klemmen.
4. Bei Hydrid-Bildern:
Flamme zünden.
5. Küvettenhalter mit Quarz-Küvette auf den 50mm-Brenner stecken.

8 Pflege und Wartung

8.1 Sicherheitshinweise

Der Benutzer darf keine anderen als die in diesem Kapitel aufgeführten Pflege- und Wartungsarbeiten am HS50 vornehmen.

Reparaturen am Gerät sind nur dem Service der Analytik Jena oder anderen durch sie autorisierte Personen gestattet.

Beachten Sie bitte bei der Durchführung von Wartungsarbeiten alle im Kapitel 1 „Sicherheitshinweise“ aufgeführten Richtlinien, Normen und Sicherheitsanweisungen.

Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, sollte das HS50 in einem jährlichen Zyklus durch den Service der Analytik Jena überprüft werden.

Verwenden Sie ausschließlich Ersatzteile der Analytik Jena. Im Routinebetrieb benötigte Laborteile können über die Analytik Jena erworben werden.

8.2 Tägliche Wartungsarbeiten nach Abschluss der Messungen

1. Dosierschlauch mit entionisiertem / bidestilliertem Wasser oder verdünnter Salzsäure spülen. Dazu Schlauch in Flasche mit Spüllösung tauchen und Ablauf starten. Schlauch zum Schluss leer spülen.
2. Reaktionsbecher und Pipettenspitze mit entionisiertem / bidestilliertem Wasser oder verdünnter Salzsäure spülen.
3. Reduktionsmittellösung im Kühlschrank aufbewahren.

Haltbarkeit	NaBH ₄	2-3 Wochen
	SnCl ₂	3-7 Tage

8.3 Dosierschlauch prüfen, kürzen und wechseln

1. Klemmschraube am Batch-Modul lösen und den Dosierschlauch (PTFE) herausziehen.
2. Schlauchende prüfen. Bei Auskristallisation am Schlauchende Schlauch kürzen.
3. Schlauch als Ganzes prüfen. Bei Knickstellen und Einschnürungen neuen PTFE-Schlauch einführen. Klemmschraube fest anziehen.



Hinweis

Das Schlauchende muss ca. 10 mm über der Pipettenspitze liegen.

8.4 Flanschdichtung im Batch-Modul prüfen und wechseln

Der Dichtring am Flansch kann nach längerer Betriebszeit seine Elastizität und Dichtwirkung verlieren und muß dann ausgetauscht werden.

Pflege und Wartung

Küvettenfenster und Küvette reinigen

1. Reaktionsbecher mit einer Drehung vom Flansch abziehen.
2. Dichtring auf dem Flansch visuell prüfen, verschlissenen Dichtring entfernen und durch neuen Dichtring ersetzen.
3. Reaktionsbecher auf den Flansch schieben und mit Drehung arretieren.

8.5 Küvettenfenster und Küvette reinigen



Verbrennungsgefahr!

Vor Abnahme der Küvettenfenster und der Küvette Abkühlung abwarten.

Arbeitsschritte beim Reinigen der Küvettenfenster:



Vorsicht vor Verunreinigungen der Küvettenfenster!

Nicht auf die Küvettenfenster fassen. Fingerabdrücke brennen sich ein.

Gummihandschuhe tragen!

1. Blattfeder zurückdrücken und Küvettenfenster mit Fassung abnehmen.
2. Küvettenfenster mit verdünnter Salzsäure waschen.
3. Küvettenfenster mit destilliertem Wasser spülen und trocknen lassen.

Arbeitsschritte „Küvette reinigen“



Stark ätzende und giftige Stoffe!

Flusssäure ist stark ätzend und giftig.

Im Abzugsschrank arbeiten.

Gummihandschuhe, Gummischürze und Gesichtsschutz tragen.

1. Andruckfedern lösen.
 2. Küvette abnehmen und Schläuche abziehen.
 3. Küvette 5 bis 10 Minuten in kalter 40%iger Flusssäure baden.
 4. Abgelösten Film aus dem Rohrinne durch intensives Bürsten mit geeigneter Rundbürste unter fließendem Wasser entfernen.
 5. Küvette mit destilliertem Wasser spülen und trocknen lassen.
-



Endflächen der Küvette auf Unversehrtheit prüfen!

Beschädigte Küvette tauschen und nicht weiter verwenden!

6. Küvette in den Halter legen und mit Federn andrücken..
 7. Küvettenfenster mit Fassung beidseitig aufstecken und mit Federn festklemmen.
-



Hinweis

Korrekte Anlage der Küvettenfenster an der Küvette kontrollieren!
