

Bedienungsanleitung

HS 55 modular

Hg/Hydrid-System Batch Mode

HydrEA-System Batch Mode



Hersteller Analytik Jena GmbH
Konrad-Zuse-Str.1
07745 Jena · Deutschland
Telefon + 49 3641 / 77 70
Fax + 49 3641 / 77 92 79
E-Mail info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Deutschland
Telefon + 49 3641 / 77-7407 (Hotline)
E-Mail service@analytik-jena.com



Für einen ordnungsgemäßen und sicheren Gebrauch diesen Anleitungen folgen.
Für späteres Nachschlagen aufbewahren.

Allgemeine Informationen <http://www.analytik-jena.com>

Copyrights und Warenzeichen contrAA und novAA sind eingetragene Warenzeichen der Analytik-Jena GmbH. Microsoft und Windows sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corp. Auf die Kennzeichnung ® oder TM wird in diesem Handbuch verzichtet.

Dokumentationsnummer 10-1700-003-23

Ausgabe B (01/2021)

Ausführung der Technischen Dokumentation Analytik Jena GmbH

© Copyright 2021, Analytik Jena GmbH

Inhalt

1	Grundlegende Informationen	5
1.1	Hinweise zur Benutzeranleitung	5
1.2	Bestimmungsgemäße Verwendung	5
2	Technische Daten	6
3	Sicherheitshinweise	8
3.1	Grundlegende Hinweise	8
3.2	Normen und Richtlinien	8
3.3	Verwendete Symbole und Signalwörter	8
3.4	Sicherheitskennzeichnung am HS 55 modular	9
3.5	Technischer Zustand	9
3.6	Anforderungen an das Bedienpersonal	10
3.7	Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen	11
3.8	Sicherheitshinweise Betrieb	11
3.8.1	Allgemeines	11
3.8.2	Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz	12
3.8.3	Sicherheitshinweise Elektrik	12
3.8.4	Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen	13
3.8.5	Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen	13
3.8.6	Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur	15
3.9	Verhalten im Notfall	15
4	Technische Beschreibung	16
4.1	Techniken und Übersicht der Hg/Hybrid-Systeme	16
4.2	Grundsätzlicher Systemaufbau	18
4.3	Aufbau des HS 55 modular	19
4.3.1	1-Kanal-Schlauchpumpe	19
4.3.2	Batch-Modul	20
4.3.3	4er-Ventilgruppe zur Gassteuerung	21
4.3.4	Modul „Hg plus“	21
4.4	Messabläufe	22
4.4.1	Diskontinuierlicher Betrieb ohne Anreicherung	22
4.4.2	Diskontinuierlicher Betrieb mit Hg-Anreicherung	22
5	Inbetriebnahme	24
5.1	Aufstell- und Transportbedingungen	24
5.2	Installationsschritte Hybrid- und Hg-Kaltdampftechnik	24
5.2.1	Küvetteneinheit auf Brennerhals installieren	24
5.2.2	HS 55 modular am AAS-Gerät installieren	26
5.2.3	Wechsel zwischen den Betriebsarten	28

5.3	Umrüsten des HS 55 modular	29
5.3.1	Nachrüsten eines Moduls „Hg plus“	29
5.3.2	Umrüsten des HS 55 modular vom Funktionsmodul Batch auf das Modul Fließinjektion und umgekehrt	31
5.4	Installationsschritte HydrEA-Technik.....	33
5.4.1	Graphitrohr mit Iridium oder Gold beschichten.....	34
5.4.2	HS 55 modular für HydrEA-Betrieb installieren	35
5.4.3	Probengeber Graphit mit Titankanüle justieren.....	36
5.4.4	Beschichtetes Graphitrohr reinigen	37
5.4.5	Iridium- bzw. Goldschicht im Graphitrohr abdampfen	38
6	Wartung und Pflege	39
6.1	Sicherheitshinweise	39
6.2	Tägliche Wartungsarbeiten.....	39
6.3	Sicherungswechsel.....	40
6.4	Reduktionsmittelschläuche warten	40
6.5	Trockenschlauch austauschen	41
6.6	Flanschdichtung im Batch-Modul prüfen und wechseln.....	41
6.7	Goldkollektor austauschen	41
6.8	Küvettenfenster und Küvetten reinigen	42
7	Hilfs- und Betriebsstoffe	44
8	Transport und Lagerung	46
8.1	Transport	46
8.2	Lagerung.....	46
9	Störungsbeseitigung	47
10	Entsorgung.....	47

Abbildungen

Bild 1	HS 55 modular mit AAS novAA 400 P	17
Bild 2	HS 55 modular (Vorderansicht).....	18
Bild 3	Funktionsschema des HS 55 modular	19
Bild 4	Batch-Modul.....	20
Bild 5	Goldkollektor.....	21
Bild 6	Messablauf Quecksilber; diskontinuierlicher Betrieb.....	22
Bild 7	Messablauf Quecksilber; diskontinuierlicher Betrieb mit Anreicherung	23
Bild 8	Sicherungsstift an der Ofenplatte am ZEEnit 650 P.....	25
Bild 9	Aufnahme und Küvetteneinheit für Hg/Hydrid-System am ZEEnit 650 P	25
Bild 10	Küvetten für die Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik	25
Bild 11	Küvetteneinheit mit Quarzküvette (für die Hydrid-Technik).....	26
Bild 12	Hg/Hydrid-System HS 55 modular – Anschlüsse auf der rechten Seite	27
Bild 13	Verschlauchung an der Frontplatte des Batch-Moduls in verschiedenen Betriebsarten	29
Bild 14	Anschlüsse am Goldkollektor	42



1 Grundlegende Informationen

1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Das HS 55 modular ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.

Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des HS 55 modular und vermittelt dem mit der Analytik vertrauten Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zur Wartung und Pflege des Gerätes sowie bei auftretenden Störungen Hinweise auf mögliche Ursachen und deren Beseitigung.

Handbuchkonventionen

Handlungsanweisungen mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert, zu Handlungseinheiten zusammengefasst und mit dem entsprechenden Ergebnis versehen.

Aufzählungen ohne zeitliche Abfolge sind als Punktaufzählungen, Unteraufzählungen als Strichaufzählungen dargestellt.

Sicherheitshinweise sind mit Symbolen und einem Signalwort gekennzeichnet. Es werden Art und Quelle sowie die Folgen der Gefahr benannt sowie Hinweise zur Gefahrenabwehr gegeben. Die Bedeutung der verwendeten Symbole und Signalwörter ist im Kapitel „Sicherheitshinweise“ erläutert.

Die Elemente der Steuer- und Auswertesoftware sind wie folgt gekennzeichnet:

- Programmbegriffe werden mit KAPITÄLCHEN ausgezeichnet.
- Schaltflächen werden durch eckige Klammern dargestellt (z. B. Schaltfläche [OK])
- Menüpunkte sind durch Pfeile unterteilt (z. B. DATEI ▶ ÖFFNEN).

1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Das HS 55 modular 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 HS 55 modular die Sicherheitshinweise nicht beachtet, gilt dies als Abweichung von der bestimmungsgemäßen Verwendung. Sicherheitshinweise finden sich am Gerät selbst, im Abschnitt 3 „Sicherheitshinweise“ S. 8 und bei der Beschreibung der jeweiligen Arbeitsschritte.

2 Technische Daten

Technische Daten	
Bezeichnung/Typ	HS 55 modular
Techniken (abhängig von der installierten Konfiguration)	Hydridtechnik Hg-Kaltdampftechnik ohne Anreicherung Hg-Kaltdampftechnik mit Anreicherung HydrEA-Technik
Betriebsarten	Diskontinuierlich (Batch-Betrieb)
bestimmbare Elemente	As, Bi, Hg, Sb, Se, Sn, Te
Abmessungen (B × H × T)	360 × 370 × 270 mm
Masse	ca. 14 kg
Reagenzien	
Reduktionsmittel (RM)	Natriumborhydrid NaBH ₄ mit Natriumhydroxid NaOH im Verhältnis 3:1 Richtwert für Konzentration: 1,0 % NaBH ₄ + 0,3 % NaOH Zinn(II)-chlorid SnCl ₂ als Alternative für die Hg-Bestimmung
Hauptfunktionsgruppen	
1-Kanal-Schlauchpumpe für Reduktionsmitteltransport	Bestückung: Ismaprene-Schlauch ID = 2,06 mm; Stopper: violett Pumpgeschwindigkeit: 4 Stufen
Reaktionseinheit	Batch-Modul: PTFE-Becher mit kegelförmigem Boden
Modul „Hg Plus“	Goldkollektor: 0,5 g Gold-Platin-Legierung AuPt 10 als feinmaschiges Netz Ausheiztemperatur: 630 °C geregelt Kühlung: Axiallüfter
Küvetteneinheit	Heizung: elektrisch Temperatur für hydridbildende Elemente: 600 °C bis 950 °C Temperatur für Hg: Raumtemperatur oder 150 °C Temperaturkonstanz: ±10 °C der Solltemperatur
Absorptionsküvetten	Quarzküvette mit abnehmbaren Quarzfenstern: Länge 140 mm, ID 15 mm Hg-Küvette: Länge 200 mm
Inertgas Argon	Reinheit: mind. 99,999 Vol. % Eingangsdruck: 600 kPa Arbeitsdruck: 150 kPa Gasfluss: purge gas (Spülgas): F2 = 15 L/h, transp. gas (Transportgas): F3 = 6 L/h, F4 = 25 L/h, F3+F4 = 31 L/h

Operationszeiten	<p>Spülzeit 1 (Vorspülen): Zeit zum Freispülen des Reaktionsbeckers von Luft AZ-Wartezeit: Wartezeit unmittelbar vor dem Nullabgleich. Pumpzeit: Zeit, in der die 1-Kanal-Pumpe Reduktionsmittel in den Becher pumpt. Spülzeit 2,3: Zeiten für den Transport des Reaktionsgases mit dem Argonstrom. Heizzeit Kollektor: Zeit, in der die Heizung des Goldkollektors eingeschaltet ist. Kühlzeit Kollektor: Zeit, in der der Lüfter des Goldkollektors eingeschaltet ist .</p>
Elektrische Kenngrößen	
Spannungsversorgung	je nach Basis-Modul: 220-230 V oder 100-110 V
Absicherung	G-Sicherungssätze (5 × 20 mm) nach EC 60127/250V Sicherung F1/F2: T3,15 A/H für 230 V, T6,3 A/H für 110 V
Leistungsaufnahme beim Aufheizen	650 VA
Leistungsaufnahme im Dauerbetrieb	400 VA
Umgebungsbedingungen	
Temperatur bei Lagerung und Transport	-40 °C bis +50 °C nach DIN 58390-2
Temperatur im Betrieb	+10 °C bis +35 °C
Luftfeuchte	max. 90 % bei +30 °C
Korrosionsschutz	korrosionsfest gegen die Analysenproben
Empfohlene max. Einsatzhöhe	2000 m

3 Sicherheitshinweise

3.1 Grundlegende Hinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien und sicheren Betrieb des HS 55 modular sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in dieser Benutzeranleitung aufgeführt sind sowie alle Meldungen und Hinweise, die von der Steuer- und Auswertesoftware auf dem Bildschirm angezeigt werden.



WICHTIG

Über spezielle Gefahren, die bei den Arbeiten mit dem AAS-Gerät auftreten können, wird in der separaten Benutzeranleitung hingewiesen.

3.2 Normen und Richtlinien

Das HS 55 modular ist nach den derzeit gültigen Regeln der Technik und den anerkannten sicherheitstechnischen Regeln gebaut.

Bei der Konstruktion des Gerätes wurden die grundlegenden Sicherheits- und Gesundheitsanforderungen der zutreffenden Gesetze, Normen und Richtlinien angewandt. Die Sicherheit des Gerätes wird durch die CE-Kennzeichnung und die Konformitätserklärung bestätigt.

Alle Angaben zur Sicherheit beziehen sich auf die derzeit gültigen Verordnungen der Europäischen Union. In anderen Ländern müssen die zutreffenden Gesetze und Landesverordnungen eingehalten werden.

Neben den Sicherheitshinweisen in dieser Benutzeranleitung und den örtlichen Sicherheitsvorschriften, die für den Betrieb des Gerätes zutreffen, müssen die allgemein gültigen Vorschriften zur Unfallverhütung sowie Vorschriften zum Arbeitsschutz und zum Umweltschutz beachtet und eingehalten werden.

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die Arbeitsschutzvorschriften.

3.3 Verwendete Symbole und Signalwörter

In der Benutzeranleitung werden zur Kennzeichnung von Gefahren bzw. Hinweisen die folgenden Symbole und Signalwörter benutzt. Die Sicherheitshinweise stehen jeweils vor einer Handlung.



WARNUNG

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation.

Wenn sie nicht gemieden wird, können Tod oder schwerste Verletzungen (Verkrüppelungen) die Folge sein.



VORSICHT

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation.

Wenn sie nicht gemieden wird, können leichte oder geringfügige Verletzungen sowie Sachschäden die Folge sein.



ACHTUNG

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation.

Wenn sie nicht gemieden wird, kann das Produkt oder etwas in seiner Umgebung beschädigt werden.



WICHTIG

Bezeichnet Anwendungstipps und andere besonders nützliche Informationen, wobei keine gefährlichen oder schädlichen Situationen auftreten.

3.4 Sicherheitskennzeichnung am HS 55 modular

Am HS 55 modular sowie am Zubehör sind Sicherheitssymbole angebracht, deren Bedeutung unbedingt zu beachten ist.

Beschädigte oder fehlende Sicherheitssymbole können zu Fehlhandlungen mit Personen- und Sachschäden führen! Die Sicherheitssymbole dürfen nicht entfernt werden! Beschädigte Sicherheitssymbole sind umgehend zu ersetzen!

Am HS 55 modular und am Zubehör sind folgende Sicherheitssymbole angebracht:



Warnung vor einer Gefahrenstelle



Warnung vor heißer Oberfläche



Achtung! Vor Montage oder Demontage, sowie Öffnen des Gerätes Netzstecker ziehen.

3.5 Technischer Zustand

Das HS 55 modular entspricht in Konstruktion und Bau den derzeit gültigen Regeln der Technik. Eigenmächtige Umbauten oder Veränderungen, besonders solche, die die Sicherheit des Personals und der Umwelt beeinflussen, sind grundsätzlich nicht gestattet.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Jegliche Manipulation an den Sicherheitseinrichtungen ist verboten!
- Manipulationen an den Sicherheitseinrichtungen werden im Falle eines Unfalls als Vorsatz gewertet!
- Der Betreiber ist verpflichtet, das Gerät nur in einwandfreiem, betriebssicherem Zustand zu betreiben. Der technische Zustand muss jederzeit den gesetzlichen Anforderungen und Vorschriften entsprechen.
- Das Gerät ist vor jedem Einsatz auf Beschädigungen und ordnungsgemäßen Zustand zu überprüfen.
- Eintretende Veränderungen am Gerät, die die Sicherheit beeinflussen, sind vom Bedienpersonal dem Betreiber sofort zu melden.

- Die Gerätekomponenten dürfen ausschließlich an die dafür vorgesehenen und konzipierten Versorgungsleitungen angeschlossen werden.
- Alle Sicherheitseinrichtungen und Verriegelungen müssen gut zugänglich sein und regelmäßig auf einwandfreie Funktion geprüft werden.

3.6 Anforderungen an das Bedienpersonal

Das HS 55 modular darf nur von qualifiziertem und in den Umgang mit dem Gerät unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören auch das Vermitteln der Inhalte dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitungen weiterer Ergänzungsgeräte.

Vom HS 55 modular können Gefahren ausgehen, wenn dieses von nicht eingewiesenem Personal, unsachgemäß oder nicht bestimmungsgemäß eingesetzt wird.

Deshalb muss jede Person, die beauftragt ist, das Gerät zu bedienen, diese Benutzeranleitung und ggf. Benutzeranleitungen weiterer Ergänzungsgeräte gelesen und verstanden haben, bevor sie die entsprechenden Arbeiten ausführt. Dies gilt auch, wenn die betreffende Person mit einem solchen Gerät bereits gearbeitet hat oder geschult wurde.

Dem Betreiber wird empfohlen, sich vom Bedienpersonal die Kenntnisnahme des Inhalts der Benutzeranleitung schriftlich bestätigen zu lassen. Letztlich verantwortlich für den unfallfreien Betrieb ist der Betreiber des Gerätes oder das von ihm autorisierte Fachpersonal.

Neben den Arbeitssicherheitshinweisen in dieser Benutzeranleitung müssen die allgemein gültigen Sicherheits- und Unfallverhütungsvorschriften des jeweiligen Einsatzlandes beachtet und eingehalten werden. Der aktuelle Stand dieser Regelwerke ist durch den Betreiber festzustellen.

Die Benutzeranleitung muss dem Bedien- und Wartungspersonal jederzeit zugänglich sein!

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Das Gerät darf nur von geschultem und sicherheitstechnisch unterwiesenem Personal in Betrieb genommen, bedient und gewartet werden.
- Die Bedienung oder Wartung des Gerätes von Minderjährigen oder Personen, die unter Alkohol-, Drogen- oder Medikamenteneinfluss stehen, ist nicht gestattet.
- Es ist sicherzustellen, dass nur dazu beauftragtes Personal am Gerät tätig ist.
- Dem Bedienpersonal müssen die Gefahren, die von den zu analysierenden Proben und eingesetzten Hilfs- und Betriebsstoffen ausgehen, bekannt sein. Es sind entsprechende Körperschutzmittel zu benutzen.
- Vor Pausen bzw. nach Arbeitsende sind angemessene Hautreinigungs- und Hautschutzmaßnahmen durchzuführen.
- Essen, Trinken, Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer am Aufstellort des Hg/Hydrid-Systems sind verboten!

3.7 Sicherheitshinweise Transport und Aufstellen

Das Aufstellen des HS 55 modular erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch vom ihm autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig. Durch Fehlinstallationen können erhebliche Gefahren entstehen.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Beim Transport sind die Gerätekomponenten entsprechend den Vorschriften der Benutzeranleitung zu sichern.
- Transportieren Sie das Gerät nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass alle Module fest miteinander verbunden sind und das Gerät vollständig entleert ist. Spülen Sie den Pump- und Dosierschlauch, damit keine Reduktionsmittel-lösung abtropfen kann. Die Lösung ist aggressiv und greift die Kleidung an.
- Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Gerätes im Labor Folgendes zu beachten:
 - Das Hg/Hydrid-System besitzt eine Masse von ca. 14 kg. Da das Gerät keine Tragegriffe aufweist, fassen Sie das Gerät fest mit beiden Händen an der durchgehenden Platte des Basis-Moduls an.
 - Die Richtwerte und gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen von Lasten ohne Hilfsmittel sind zu beachten und einzuhalten.

3.8 Sicherheitshinweise Betrieb

3.8.1 Allgemeines

Der Bediener des HS 55 modular ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Gerätes einschließlich seiner Sicherheitseinrichtungen zu überzeugen. Dies gilt insbesondere nach jeder Änderung oder Erweiterung bzw. Reparatur des Gerätes.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Das Gerät darf nur betrieben werden, wenn alle Module und Schutzeinrichtungen (z. B. Abdeckungen) vorhanden, ordnungsgemäß installiert und voll funktionsfähig sind.
- Der ordnungsgemäße Zustand der Schutz- und Sicherheitseinrichtungen ist regelmäßig zu prüfen. Eventuell auftretende Mängel sind sofort zu beheben.
- Schutz- und Sicherheitseinrichtungen dürfen während des Betriebes niemals entfernt, verändert oder außer Betrieb gesetzt werden.
- Während des Betriebes ist stets die freie Zugänglichkeit des Netzschalters an der rechten Seitenwand zu gewährleisten.

- ❑ Änderungen, Umbauten und Erweiterungen am Gerät dürfen nur nach Absprache mit der Analytik Jena erfolgen. Nichtautorisierte Änderungen können die Sicherheit beim Betrieb des Geräts einschränken und zur Einschränkung bei Gewährleistung und Zugang zu Kundendienst führen.
- ❑ Die am Gerät vorhandenen Lüftungseinrichtungen müssen funktionsfähig sein. Verdeckte Lüftungsgitter, Lüftungsschlitze usw. können zu Betriebsstörungen oder Geräteschäden führen.
- ❑ Bei der Inbetriebnahme des Gerätes besteht die Gefahr, dass die Küvetteneinheit bei verbleibenden Säureresten im Siphon korrodiert. Der Siphon im AAS-Gerät sollte deshalb über den Mischkammerstutzen mit 0,5 L Wasser gespült werden, bevor die Küvetteneinheit auf den Mischkammerstutzen aufgesetzt wird.
- ❑ Hohe Temperaturen entstehen bei geheizter Küvetteneinheit. Die heißen Teile dürfen während oder unmittelbar nach dem Betrieb des Gerätes nicht berührt werden. Abkühlzeiten auf Raumtemperatur (1 h) sind zu beachten.
- ❑ Vorsicht beim Umgang mit Glasteilen. Es besteht Glasbruch- und damit Verletzungsgefahr!
- ❑ Brennbare Materialien sind von der Küvetteneinheit fernzuhalten.

3.8.2 Sicherheitshinweise Explosionsschutz, Brandschutz

Das HS 55 modular darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung betrieben werden. Rauchen oder der Umgang mit offenem Feuer im Betriebsraum des Hg/Hydrid-Systems sind verboten!

Dem Bedienpersonal muss der Standort der Löscheinrichtungen im Betriebsraum des Gerätes bekannt sein.

3.8.3 Sicherheitshinweise Elektrik

Arbeiten an elektrischen Komponenten des HS 55 modular sind nur von einer Elektrofachkraft entsprechend den geltenden elektrotechnischen Regeln vorzunehmen. Das Gerät wird mit Netzspannung versorgt. Damit treten lebensgefährliche elektrische Spannungen auf.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- ❑ Das HS 55 modular ist stets im ausgeschalteten Zustand an das Netz anzuschließen und davon zu trennen. Für den Anschluss ist die mit dem AAS-Gerät gelieferte Mehrfachsteckdose zu nutzen.
- ❑ Das Entfernen der Gerätehaube des Basis-Moduls ist nur dem Kundendienst der Analytik Jena und speziell autorisiertem Fachpersonal gestattet.
- ❑ Für Elektroarbeiten ist unbedingt der Netzstecker aus der Steckdose zu ziehen.
- ❑ Die elektrischen Komponenten sind regelmäßig von einer Elektrofachkraft zu prüfen. Alle Mängel, wie lose Verbindungen, defekte oder beschädigte Kabel, sind sofort zu beseitigen.

- Bei Störungen an elektrischen Komponenten ist das Gerät sofort am Netzschalter (rechte Seitenwand) auszuschalten und der Netzstecker ist zu ziehen.

3.8.4 Sicherheitshinweise Druckgasbehälter und -anlagen

Das Inertgas (Argon) wird Druckgasbehältern oder lokalen Druckgasanlagen entnommen. Auf die geforderte Reinheit des Trägergases ist zu achten (siehe Kapitel 2 "Technische Daten" S. 6)!

Arbeiten an Druckgasbehältern und -anlagen dürfen nur von Personen, die über spezielle Kenntnisse und Erfahrungen für Druckgasanlagen verfügen, durchgeführt werden.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Für den Betrieb von Druckgasbehältern bzw. -anlagen müssen die am Einsatzort geltenden Sicherheitsvorschriften und Richtlinien in vollem Umfang eingehalten werden.
- Druckschläuche und Druckminderer dürfen nur für die zugeordneten Gase verwendet werden.
- Alle Leitungen, Schläuche und Verschraubungen sind regelmäßig auf undichte Stellen und äußerlich erkennbare Beschädigungen zu prüfen. Undichte Stellen und Beschädigungen sind umgehend zu beseitigen.
- Vor Inspektions-, Wartungs- und Reparaturarbeiten ist die Gasversorgung zu schließen.
- Nach erfolgter Reparatur und Wartung an den Komponenten der Druckgasbehälter bzw. der Druckgasanlage ist das HS 55 modular vor Wiederinbetriebnahme auf Funktionstüchtigkeit zu überprüfen.
- Eigenmächtige Montage- und Installationsarbeiten sind nicht zulässig.

3.8.5 Umgang mit Hilfs- und Betriebsstoffen

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.

Die folgenden allgemeinen Hinweise ersetzen nicht die spezifischen örtlichen Vorschriften bzw. die Vorschriften in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller der Hilfs- und Betriebsstoffe.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Das HS 55 modular darf nur in Verbindung mit dem AAS-Gerät unter einem aktiven Gasabzug verwendet werden.

- Für alle im Zusammenhang mit Betrieb oder Wartung des HS 55 modular verwendeten Hilfs- und Betriebsstoffe sind die entsprechenden Vorschriften und die Hinweise in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller bezüglich Lagerung, Handhabung, Einsatz und Entsorgung zu beachten und einzuhalten.
- Grundsätzlich dürfen Hilfs- und Betriebsstoffe niemals in Behältern oder Gefäßen für Nahrungsmittel aufbewahrt werden. Es sind stets für den jeweiligen Stoff zugelassene Behälter zu benutzen und diese sind entsprechend zu kennzeichnen. Die Hinweise auf den Etiketten sind zu beachten!
- Beim Umgang mit den Reagenzien sind generell Schutzbrille und Schutzhandschuhe zu tragen.
 - Natriumborhydrid (NaBH_4) und Natriumhydroxid (NaOH) sind stark ätzend, hygroskopisch und in Lösung äußerst aggressiv. Abtropfen und Abspritzen der Reduktionslösung ist zu vermeiden.
 - Reinigungsarbeiten mit Flusssäure und konzentrierter Salzsäure müssen unter einem Abzug durchgeführt werden. Dabei muss geeignete persönliche Schutzausrüstung (Gummischürze, Handschuhe und Gesichtsmaske) getragen werden.
- Biologische Proben müssen nach den örtlichen Vorschriften für den Umgang mit infektiösem Material behandelt werden.
- Hilfs- und Betriebsstoffe sowie deren Behältnisse dürfen nicht als Hausmüll entsorgt werden bzw. in die Kanalisation oder ins Erdreich gelangen. Für die Entsorgung dieser Stoffe sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- Bei Messungen an cyanidhaltigem Material ist sicherzustellen, dass in der Abfallflasche keine Cyanwasserstoffsäure (Blausäure) enthalten ist.
- In den Arbeitsräumen ist stets für gute Raumbelüftung zu sorgen.

WARNUNG

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:

- Im Betrieb den Reaktionsbecher während der Reaktions- und Messzeit nicht abnehmen.
- Küvette mit den Fenstern immer gasdicht verschließen. Schon bei kleinen Ausbrüchen an den Stirnflächen der Küvette ist diese auszutauschen.
- Gas vom Küvettenausgang zur Absaugeinrichtung führen.

3.8.6 Sicherheitshinweise Wartung und Reparatur

Die Wartung des Hg/Hybrid-Systems erfolgt grundsätzlich durch den Kundendienst der Analytik Jena oder durch von ihr autorisiertes und geschultes Fachpersonal.

Durch eigenmächtige Wartungsarbeiten kann das Gerät dejustiert oder beschädigt werden. Der Bediener darf deshalb grundsätzlich nur die im Kapitel „Wartung und Pflege“ aufgeführten Tätigkeiten ausführen.

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Die äußere Reinigung des Hg/Hybrid-Systems darf erst nach Ausschalten des Gerätes mit einem leicht angefeuchteten, nicht tropfenden Tuch erfolgen.
- Sämtliche Wartungs- und Reparaturarbeiten am Gerät sind grundsätzlich nur im ausgeschalteten Zustand durchzuführen (soweit nicht anders beschrieben).
- Wartungsarbeiten und der Wechsel von Systemkomponenten (z. B. Ausbau der Küvette) sind nur nach ausreichend langer Abkühlphase durchzuführen.
- Vor Wartungs- und Reparaturarbeiten sind die Energie- und Gasversorgung abzustellen und das Gerät ist zu entlüften!
- Es sind ausschließlich Originalzubehör und Ersatzteile der Analytik Jena zu verwenden. Die im Kapitel "Wartung und Pflege" S. 39 aufgeführten Hinweise sind zu beachten.
- Alle Schutzeinrichtungen sind sofort nach Beendigung der Wartungs- und Reparaturarbeiten wieder ordnungsgemäß zu installieren und auf ihre Funktion zu prüfen!
- Nach einem Wechsel der Funktionsblöcke (Batch Mode/Fließinjektion) darf das Hg/Hybrid-System erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn das neue Funktionsmodul und das Basis-Modul ordnungsgemäß verschraubt wurden.

3.9 Verhalten im Notfall

- Besteht keine unmittelbare Verletzungsgefahr, schalten Sie in Gefahrensituationen oder bei Unfällen nach Möglichkeit sofort den Netzschalter an der rechten Seitenwand aus und/oder ziehen Sie den Netzstecker aus der Netzsteckdose! Schließen Sie nach dem Ausschalten des Gerätes möglichst sofort die Gasversorgung.

Da im Gefahrenfall schnelles Reagieren lebensrettend sein kann, muss Folgendes gewährleistet sein:

- Das Bedienpersonal muss wissen, wo sich Sicherheitseinrichtungen, Unfall- und Gefahrenmelder sowie Erste-Hilfe- und Rettungseinrichtungen befinden, und mit ihrer Handhabung vertraut sein.
- Der Betreiber ist für eine entsprechende Schulung des Bedienpersonals verantwortlich.
- Alle Einrichtungen für Erste Hilfe (Verbandkasten, Augenspülflaschen, Trage usw.) sowie Mittel zur Brandbekämpfung (Feuerlöscher) sind in greifbarer Nähe und jederzeit gut zugänglich aufzubewahren. Alle Einrichtungen müssen sich in einwandfreiem Zustand befinden und sind regelmäßig daraufhin zu überprüfen.

4 Technische Beschreibung

4.1 Techniken und Übersicht der Hg/Hydrid-Systeme

Die Hydridtechnik

Die Hydridtechnik ermöglicht die matrixfreie Bestimmung der Elemente As, Bi, Sb, Se, Sn und Te. Sie basiert auf der Bildung gasförmiger Metallhydride durch Reduktion der sauren Proben mit Natriumborhydrid NaBH_4 . Die Metallhydride werden vom Trägergas und dem freigesetzten Wasserstoff zur Quarzküvette transportiert. Dort zersetzen sie sich stufenweise durch Stoßprozesse mit Gasteilchen und der Glaswand bei Temperaturen von 850 °C bis 950 °C. Die freien Metallatome absorbieren die Primärstrahlung auf der Resonanzlinie.

Durch die Hydridtechnik werden spektrale Interferenzen praktisch ausgeschlossen, da nur das zu bestimmende Element als gasförmiges Metallhydrid in den Atomisator gelangt.

Die Kaltdampftechnik

Mit der Kaltdampftechnik wird Quecksilber bestimmt. Als Reduktionsmittel kommt neben Natriumborhydrid NaBH_4 auch Zinn(II)-chlorid SnCl_2 zum Einsatz. Bei der Reaktion mit der sauren Probenlösung entsteht atomarer Hg-Dampf, der vom Trägergas Argon zur Hg-Küvette 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.

Die HydrEA-Technik

Die HydrEA-Technik koppelt die Hydrid- bzw. Hg-Kaltdampftechnik mit der Graphitrohrtechnik. Sie dient der hochempfindlichen selektiven Bestimmung der hydridbildenden Elemente As, Bi, Sb, Se, Sn und Te und von Hg mit dem elektrothermischen Atomisator.

Das Hg/Hydrid-System erzeugt die gasförmigen Metallhydride bzw. den atomaren Hg-Dampf. Der Probengeber Graphit (AS-GF) überführt diese mit dem Trägergas Argon in den Graphitrohrföfen. Dort reichern sie sich bei 300 °C Vorheiztemperatur auf dem Iridium- oder bei 65 °C auf dem Gold-beschichteten Standardrohr für Wandatomisierung an. Bei Temperaturen von 2100 °C bzw. 950 °C atomisieren die angelagerten Metallhydride bzw. Hg-Atome. Die erzeugte Atomdampf Wolke absorbiert die Primärstrahlung auf der Resonanzlinie.

Übersicht der Hg/Hydrid-Systeme

Die Palette der Hg/Hydrid-Systeme reicht vom einfachsten Batchsystem für Anwender mit geringem Probenaufkommen bis zum vollautomatischen Gerät mit Fließinjektion.

- | | |
|----------------|---|
| HS 50: | einfachstes Batchsystem mit pneumatischem Wirkprinzip.
Die Quarzküvette wird durch die Acetylen-Luft-Flamme geheizt. |
| HS 55 modular: | Batchsystem mit elektrisch beheizter Küvetteneinheit mit oder ohne Modul „Hg Plus“ für die Hg-Bestimmung.
Die Reduktionsmittellösung wird per 1-Kanal-Schlauchpumpe dosiert. |
| HS 60 modular: | Hg/Hydrid-System für Fließinjektionsbetrieb mit elektrisch beheizter Küvetteneinheit mit oder ohne Modul „Hg plus“ |

Die Hg/Hydrid-Systeme können unabhängig vom Ausrüstungsgrad für die zuvor beschriebenen Techniken eingesetzt werden.

Das Hg/Hybrid-System HS 55 modular

Das HS 55 modular besteht aus dem Basis-Modul, dem Funktionsmodul Batch und dem Modul „Hg Plus“ als optionales Zubehör. Die drei Module sind aufeinander gesteckt und durch Misch-Steckverbinder elektrisch verbunden. Sie können vom Anwender eigenhändig ausgetauscht bzw. nachgerüstet werden.

Das HS 55 modular kann an den folgenden AAS-Geräten eingesetzt werden:

- ZEEnit 700 P / ZEEnit 650 P
- novAA 400 P / novAA 350
- contrAA 700 / contrAA 600 / contrAA 300

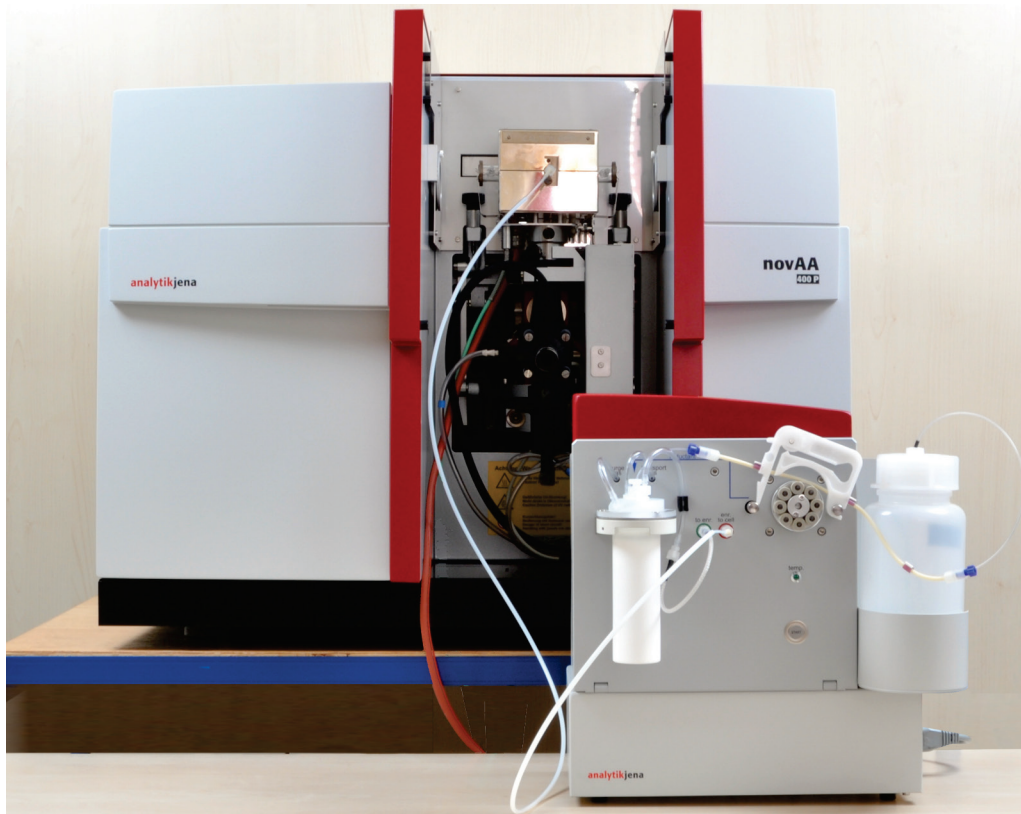


Bild 1 HS 55 modular mit AAS novAA 400 P

An der Frontplatte des Funktionsmoduls Batch befinden sich alle funktionsrelevanten Baugruppen:

- 1-Kanal-Schlauchpumpe für den Reduktionsmitteltransport
- Batch-Modul als Reaktionseinheit
- Tastknopf zum Start des Messablaufs

Auch der Pumpschlauch ist hier angebracht. Er ist gut zugänglich und kann vom Anwender ausgetauscht werden. Die farbige Linienführung auf der Frontplatte kennzeichnet die Verschlauchung und erleichtert dadurch Wartungsarbeiten.



- 1 Batch-Modul
- 2 1-Kanal-Schlauchpumpe
- 3 Tastknopf „Start“
- 4 Basis-Modul

Bild 2 HS 55 modular (Vorderansicht)

Im Inneren des Funktionsmoduls ist die 4er-Ventilgruppe zur Gasversorgung untergebracht. Rechtsseitig am Gerät steht die Vorratsflasche für das Reduktionsmittel in einer Halterung. Hier befinden sich auch die elektrischen Anschlüsse.

Das Modul „Hg plus“ ist von oben in das Funktionsmodul Batch eingesetzt und mit diesem elektrisch verbunden. Die Verschlauchung erfolgt zum Rahmen des Funktionsmoduls und von diesem zur Frontplatte. Bei der Umstellung zwischen den Betriebsarten Hydrid/Hg ohne Anreicherung bzw. Hg mit Anreicherung verändert der Anwender lediglich die Verschlauchung an der Frontplatte.

4.2 Grundsätzlicher Systemaufbau

Das HS 55 modular arbeitet im Allgemeinen 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.



ACHTUNG

Ein Wechsel des Reduktionsmittels erfordert größere Wartungsarbeiten. Es müssen alle Schläuche, die mit dem Reduktionsmittel in Berührung gekommen sind, getauscht und das System gründlich gespült werden.

Die Probe wird in den Reaktionsbecher pipettiert (max. 20 mL), dieser wird am Kopf des Batch-Moduls gasdicht geklemmt. Die 1-Kanal-Schlauchpumpe fördert das Reduktionsmittel in den Reaktionsbecher. Die schnelle und teils heftige Reaktion setzt gasförmiges Metallhydrid bzw. atomaren Hg-Dampf frei. Diese werden vom Argonstrom und ebenfalls freigesetzten Wasserstoff entweder direkt in die Quarzküvette oder zur Hg-Anreicherung durch einen Goldkollektor geleitet. Das angereicherte Hg wird beim Ausheizen des Goldkollektors freigesetzt und durch einen direkt zugeschalteten Argonstrom zur Hg-Küvette transportiert.

Nach dem Messablauf wird der Reaktionsbecher abgenommen, gespült und mit neuer Probe beaufschlagt.

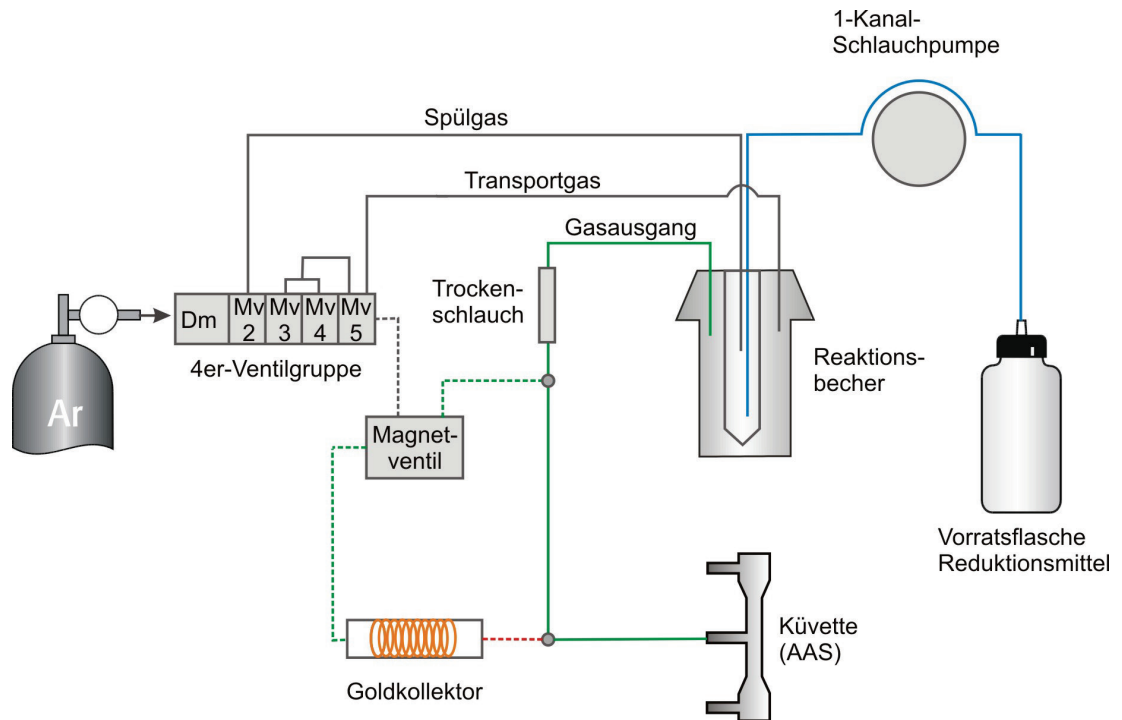


Bild 3 Funktionsschema des HS 55 modular

**WICHTIG**

Informationen zum technischen Aufbau des AAS-Gerätes erhalten Sie in der separaten Betriebsanleitung.

4.3 Aufbau des HS 55 modular

4.3.1 1-Kanal-Schlauchpumpe

Die 1-Kanal-Schlauchpumpe ist mit einer einstellbaren Snap-in-Kassette und einem Ismaprene-Schlauch von 2,06 mm Innendurchmesser bestückt. Sie läuft nur während der Pumpzeit und fördert Reduktionsmittel in 4 wählbaren Geschwindigkeitsstufen.

4.3.2 Batch-Modul

Das Batch-Modul besteht aus einem Reaktionsbecher mit kegelförmigem Boden für Proben-
volumina von 1–20 mL und dem Kopf.

Der Kopf verfügt über:

- Gaszuführungen Spülgas („purge gas“ 15 L/h) und Transportgas („transp. gas“
6 L/h + 25 L/h) für Argon
- Gasausgang zur Küvette („to cell“)
- Flanschdichtung für Reaktionsbecher
- Dosierspitze

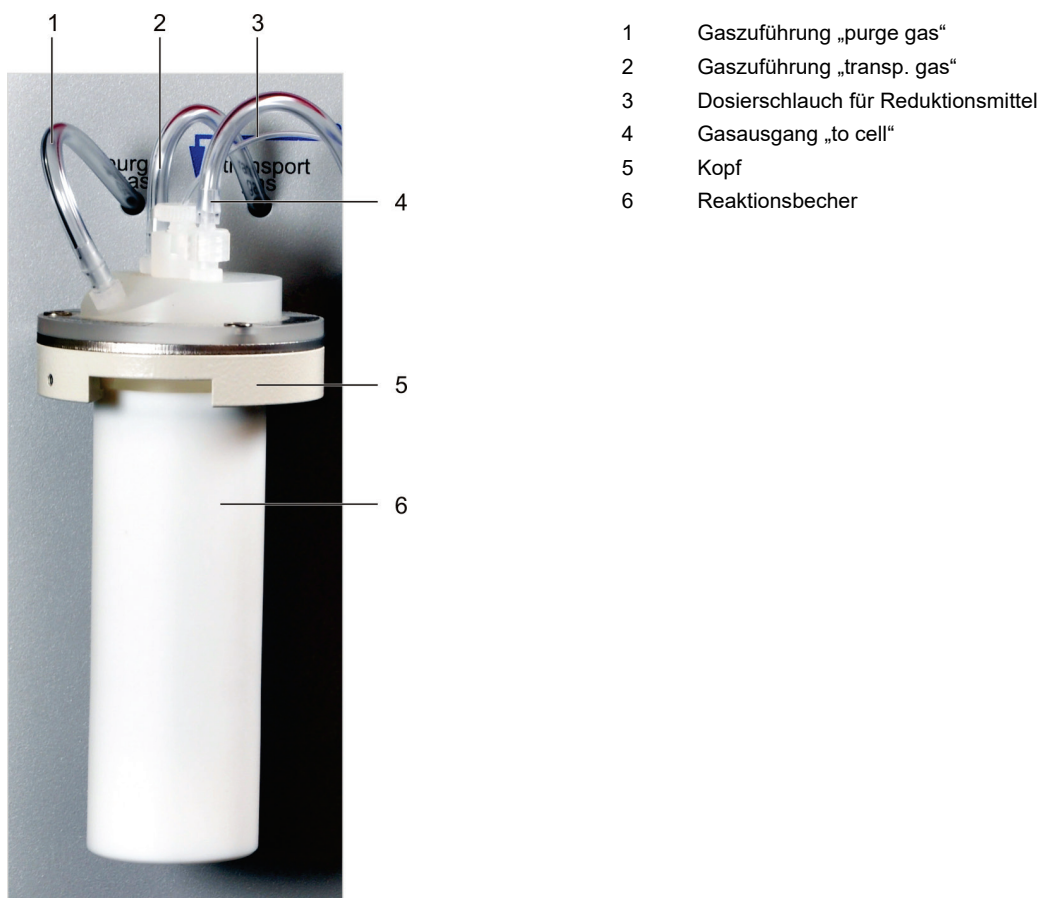


Bild 4 Batch-Modul

Reduktionsmittel und Spülgas („purge gas“) 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 und das Spülgas beschleunigt. Das Spülgas treibt das
freigesetzte Metallhydrid bzw. den Hg-Dampf aus der Probenlösung. Das Transportgas
(„transp. gas“) tritt oben in den Reaktionsbecher ein und fördert das Metallhydrid bzw. den
Hg-Dampf aus dem Reaktionsbecher zur Küvette oder zum Goldkollektor.

4.3.3 4er-Ventilgruppe zur Gassteuerung

Die 4er-Ventilgruppe liefert fest eingestellte Gasflüsse für den Batch-Betrieb, die durch die Software gesteuert werden:

Ventil MV2: F2 mit 15 L/h als ständiges „purge gas“ durch die Pipettenspitze des Batch-Moduls

Ventile F3 mit 6 L/h und F4 mit 25 L/h als Transportgasstrom zusammengefasst MV3/MV4:

4.3.4 Modul „Hg plus“

Das Modul „Hg plus“ ist optionales Zubehör und kann vom Anwender nachgerüstet werden. Es befindet sich oben im Funktionsmodul. Es umfasst neben dem Schacht mit dem Goldkolektor, Sensor und Lüfter ein 3/2-Magnetventil. Dieses Magnetventil schaltet wahlweise das Reaktionsgas zum Laden und den direkten Gasfluss zum Ausheizen auf den Goldkolektor.

Das Modul „Hg plus“ enthält als Kernstück ein locker aufgerolltes, ca. 20 mm breites Gold-Platin-Netz, das sich in einem Quarzrohr befindet und dort fixiert ist. Der Goldkolektor entzieht dem durchströmenden Reaktionsgas die freien Hg-Atome, reichert sie auf der Goldoberfläche an und gibt sie erst beim Ausheizen auf etwa 630 °C wieder ab. Die Wärme wird von außen durch eine umgebende Heizspirale zugeführt. Ein Infrarotsensor überwacht die Ausheiztemperatur. Der Goldkolektor wird nach dem Ausheizen durch den Luftstrom eines Axiallüfters abgekühlt.

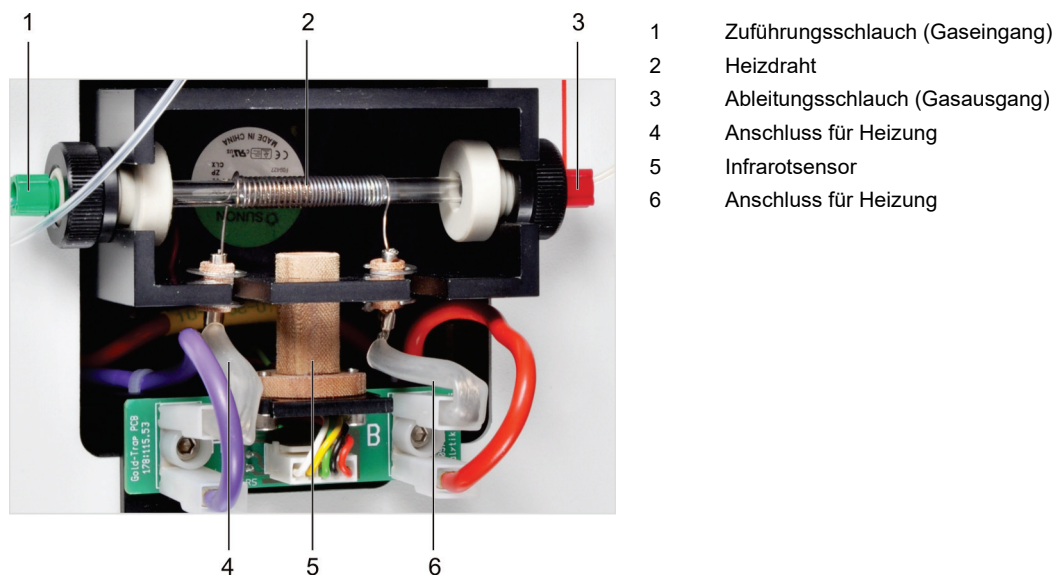


Bild 5 Goldkolektor

4.4 Messabläufe



WICHTIG

Messungen können entweder über das HS 55 modular oder die Software des AAS-Gerätes gestartet werden. Zur Durchführung von Messungen informiert Sie die separate Betriebsanleitung des AAS-Gerätes.

4.4.1 Diskontinuierlicher Betrieb ohne Anreicherung

Unmittelbar nach dem Ansetzen des Reaktionsbechers mit neuer Probe wird der Messablauf gestartet. In Spülzeit 1 (Vorspülen) wird der Reaktionsbecher mit maximalem Argonfluss von Luft freigespült. Die Spülzeit 1 entfällt bei Hg, damit es als leichtflüchtiges Element nicht vorzeitig ausgetrieben wird.

Während der AZ-Wartezeit stellen sich für den gewählten Gasfluss für die Messphase konstante Messbedingungen in der Küvette ein, dann wird der Nullwert (AZ) über 4 s als Festzeit erfasst. Für Hg ist die AZ-Wartezeit gesperrt, die AZ-Zeit ist auf 2 s verkürzt.

Mess-Start und Pumpbeginn erfolgen gleichzeitig. Während der Pumpzeit fördert die 1-Kanal-Pumpe Reduktionsmittel in den Reaktionsbecher. Die Spülzeit 2 verlängert den gewählten Gaszustand. In Spülzeit 3 (Nachspülen) werden Reaktionsbecher und Küvette mit maximalem Gasfluss von den Reaktionsprodukten freigespült.

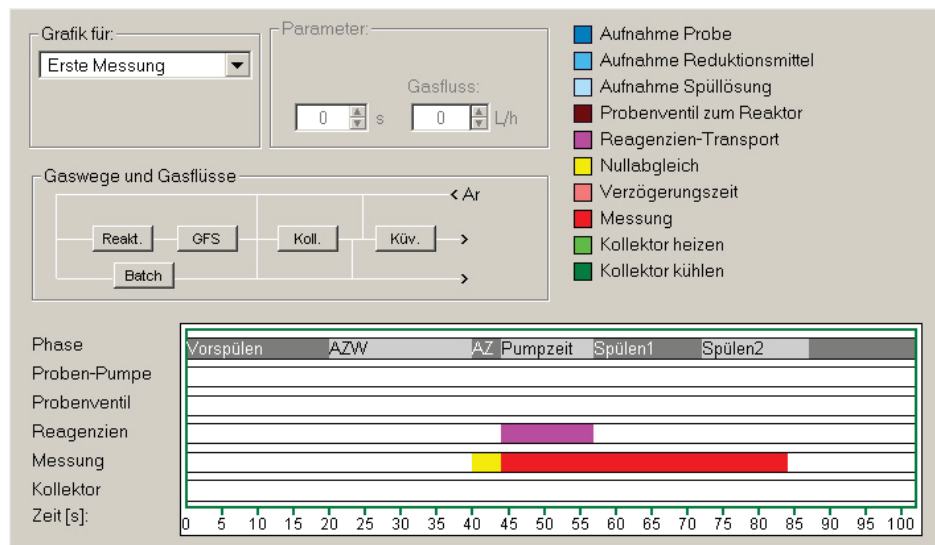


Bild 6 Messablauf Quecksilber; diskontinuierlicher Betrieb

4.4.2 Diskontinuierlicher Betrieb mit Hg-Anreicherung

Nach dem Ansetzen des Reaktionsbechers mit neuer Probe kann der Messablauf gestartet werden. Das Freispülen des Reaktionsbechers entfällt.

Während der Pumpzeit fördert die 1-Kanal-Pumpe Reduktionsmittel in den Reaktionsbecher. Der freigesetzte Hg-Dampf wird während der Pumpzeit und der sich anschließenden Spülzeit 1 zum Goldkollektor transportiert und dort angereichert.

Während der festen AZ-Wartezeit von 2 s wird Frischgas mit frei gewählter Flussrate direkt über den Goldkollektor zur Küvette geführt und schafft konstante Bedingungen für die Nullwertmessung (AZ) über 4 s.

Das Ausheizen des Goldkollektors, die Spülzeit 2 und die Messung werden zum gleichen Zeitpunkt gestartet. Der gewählte Gasstrom transportiert das im Goldkollektor freigesetzte Hg zur Küvette.

An das Ausheizen des Goldkollektors schließt sich das Kühlen auf Raumtemperatur an.

In der abschließenden Spülzeit 3 werden Goldkollektor und Küvette mit maximalem Gasfluss freigespült.

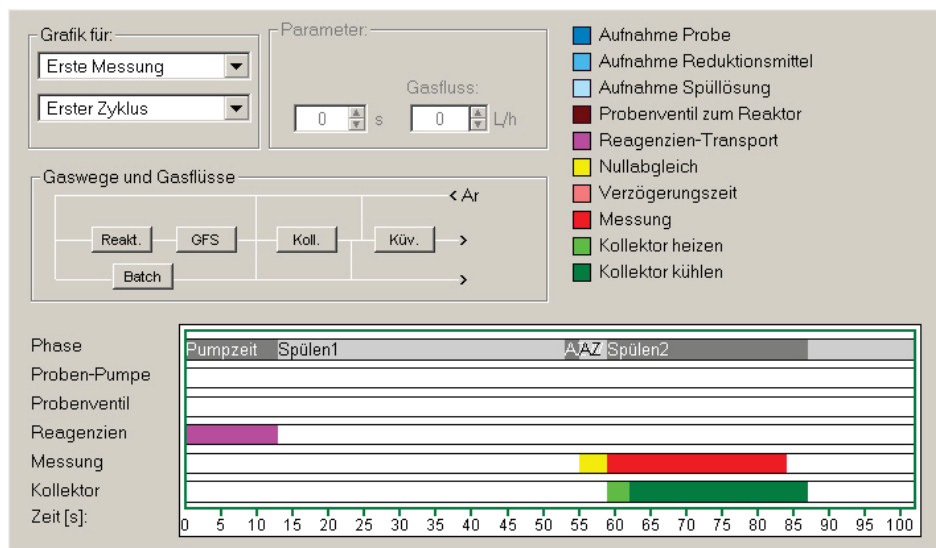


Bild 7 Messablauf Quecksilber; diskontinuierlicher Betrieb mit Anreicherung

5 Inbetriebnahme

5.1 Aufstell- und Transportbedingungen

Das Hg/Hydrid-System 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 Hg/Hydrid-Systems notwendig ist. Der Betrieb setzt bestimmte örtliche und anlagentechnische Gegebenheiten voraus. Lesen Sie deshalb das Kapitel „Aufstellbedingungen“ in Ihrem Handbuch zum AAS-Gerät sorgfältig durch.



VORSICHT

Vor dem Umsetzen des Gerätes den Pump- und Dosierschlauch gründlich spülen, damit keine Reduktionsmittellösung abtropfen kann. Die Reduktionsmittellösung ist aggressiv und greift die Kleidung an.



VORSICHT

Das HS 55 modular hat eine Masse von 14 kg. Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, wird es an der durchgehenden Grundplatte des Basis-Moduls gegriffen.

5.2 Installationsschritte Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik



ACHTUNG

Bei unvollständiger Installation meldet sich das Gerät mit einem Dauer-Piep-Ton. Überprüfen Sie in diesem Fall die durchgeführten Installationsschritte.

5.2.1 Küvetteneinheit auf Brennerhals installieren



WARNUNG

Es besteht die Gefahr der Knallgas-Bildung. Die Küvette muss für die Hydridtechnik (geheizter Betriebsfall) gasdicht verschlossen sein. Prüfen Sie die geschliffenen Endflächen der Küvette. Wenn Sie kleinere Ausbrüche feststellen, tauschen Sie die Küvette aus.



ACHTUNG

Korrosionsgefahr! Bei verbleibenden Säureresten im Siphon besteht die Gefahr, dass die Küvetteneinheit unter Einwirkung der Säuredämpfe korrodiert. Siphon über den Mischkammerstutzen mit 0,5 L Wasser spülen, bevor die Küvetteneinheit auf den Mischkammerstutzen aufgesetzt wird.

1. Brennerkopf vom Brennerhals abnehmen.
2. Siphon über den Mischkammerhals mit 0,5 L Wasser spülen.
3. Küvetteneinheit auf Brennerhals aufstecken und arretieren.

4. Nur ZEEnit 650 P:

- Befestigungsschraube an der Frontseite unter dem Graphitrohrföfen lösen, Graphitrohrföfen aus dem Probenraum herausziehen.
- Ofenplatte mit Sicherungsstift arretieren.
- Aufnahme für Küvetteneinheit in die vorgesehenen Buchsen auf der Bodenplatte des Probenraums stecken.
- Küvetteneinheit auf Aufnahme setzen und arretieren.

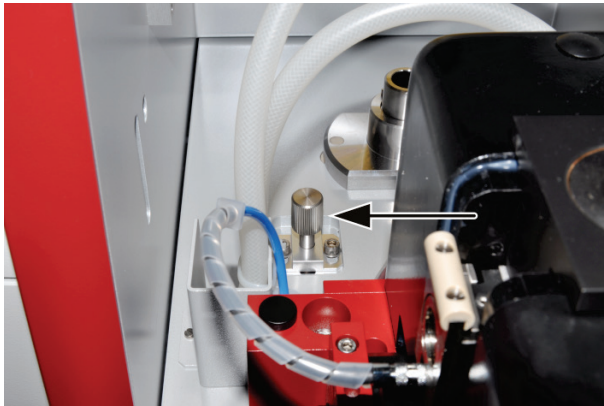
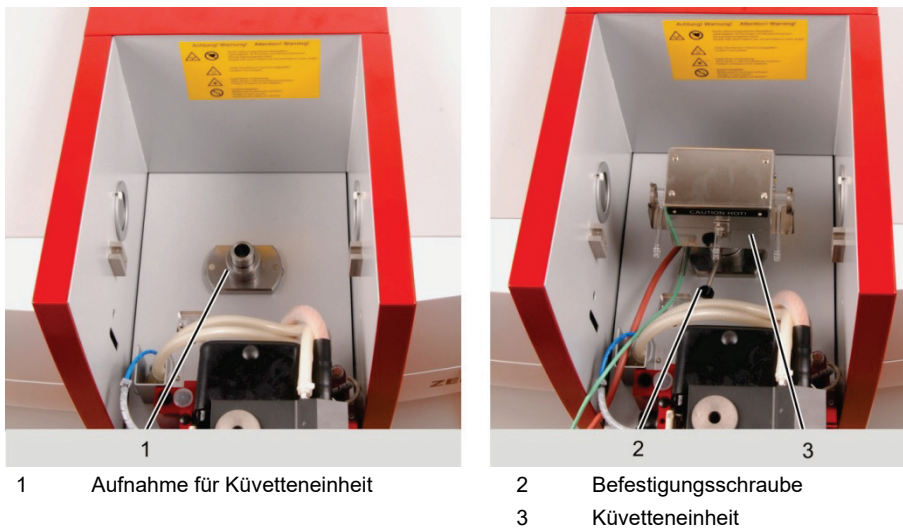


Bild 8 Sicherungsstift an der Ofenplatte am ZEEnit 650 P



1 Aufnahme für Küvetteneinheit

2 Befestigungsschraube

3 Küvetteneinheit

Bild 9 Aufnahme und Küvetteneinheit für Hg/Hydrid-System am ZEEnit 650 P

5. Küvetteneinheit nach oben aufklappen und Küvette einlegen.



Quarz-Küvette für die Hydrid-Technik



Hg-Küvette

Bild 10 Küvetten für die Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik

Bei Hydrid-Technik:

- Quarz-Küvette einlegen, Küvetteneinheit schließen und verriegeln.
- Fassung mit Quarzfenster beidseitig aufstecken und mit Federn festklemmen. Gasableitungsschlauch auf die Außenstutzen stecken und das T-Stück im Probenraum hinten am Probenraumblech einhängen.

Bei Hg-Kaltdampftechnik:

- Hg-Küvette einlegen, Küvetteneinheit schließen und verriegeln.
- ✓ **Damit ist die Küvetteneinheit im AAS-Gerät installiert.**

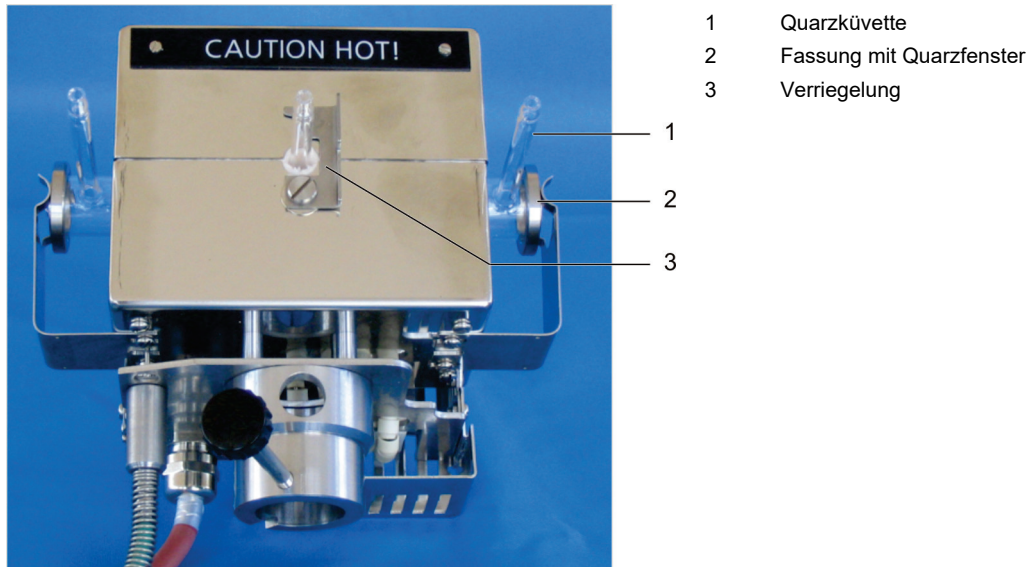


Bild 11 Küvetteneinheit mit Quarzküvette (für die Hydrid-Technik)

5.2.2 HS 55 modular am AAS-Gerät installieren



WICHTIG

Die Spannungen (+ 5V/+ 24 V) für das HS 55 modular werden vom AAS-Gerät bereitgestellt.

1. HS 55 modular rechts vom AAS-Gerät oder auf einem Tisch neben dem AAS-Gerät aufstellen.
1. Küvetteneinheit anschließen:



VORSICHT

Am Anschluss Küvettenheizung kann eine gefährliche aktive Spannung anliegen. Beachten Sie die Sicherheitshinweise Elektrik (siehe Kapitel 3.8.3).

- Heizleitung an Anschluss „cell heating“ (5, siehe Bild 12)
 - Sensorleitung Temperatur an Anschluss „cell sensor“ (1)
 - Erdung der Sensorleitung mit Rändelschraube befestigen (1a)
2. Zwillingsleitung anschließen:
 - Stecker „AAS“ an Buchse „AS“ des AAS-Gerätes

- D-Sub-Buchse „HS“ des dünneren Kabels an Anschluss „input 5 V/24 V DC“ des HS 55 modular (2). D-Sub-Buchse „AS“ bleibt frei.
3. Signalleitung an Stecker „HS“ des AAS-Gerätes und Stecker „AAS – RS232“ des HS 55 modular anschließen (3).



- 1 Anschluss Temperatur-sensor Küvetten-einheit
- 1a Rändelschraube Erdung
- 2 Anschluss für +5V/+24V-Versorgung vom AAS
- 3 Anschluss AAS/RS232-Schnittstelle
- 4 Gasanschluss Argon
- 5 Anschluss Küvetten-heizung
- 6 Netzschalter
- 7 Sicherungsschublade
- 8 Netzanschluss
- 9 Basis-Modul

Bild 12 Hg/Hydrid-System HS 55 modular – Anschlüsse auf der rechten Seite

4. Netzkabel einstecken.
5. Argonschlauch mit Schottverschraubung an der Rückseite verbinden (4).
6. Trockenschlauch nach zu bestimmendem Element auswählen (für hydridbildende Elemente Typ „Hy“, für Quecksilber Typ „Hg“) und anschließen:
 - Verbindungsschlauch „Batch-Modul-Trockenschlauch“ auf den Ausgang „to cell“ des Batch-Moduls schrauben.
 - Trockenschlauch mit dem Ausgang verbinden.
7. Trockenschlauch und Küvetten-schlauch miteinander bzw. mit Batch-Modul verbinden:

Für die Betriebsarten „Hg ohne Anreicherung“ bzw. „Hydrid“:

 - Trockenschlauch „Hg“ bzw. „Hy“ mittels der Luer-Kupplung weiblich mit dem Küvetten-schlauch verbinden.

Für die Betriebsart „Hg mit Anreicherung“:

 - Trockenschlauch „Hg“ auf den Anschluss „to enr.“ (to enrichment – zur Anreicherung) an der Frontplatte schrauben, Küvetten-schlauch auf den Anschluss „enr. to cell“ schrauben (siehe Bild 13).
8. Vorratsflasche mit Reduktionsmittel (1,0 % NaBH₄ / 0,3 % NaOH) füllen.
9. Ansaugschlauch Reduktionsmittel (mit blauer Hohl-schraube) mit dem Pumpschlauch der 1-Kanal-Pumpe verbinden und bis zum Stopper in die Vorratsflasche für das Reduktionsmittel tauchen.

10. Schlauchkassette am HS 55 modular einhängen und Rasthebel einstellen.
 - ✓ **Damit ist das HS 55 modular am AAS-Gerät installiert und für Messungen vorbereitet.**

Einschaltreihenfolge

Die Steuerleiterplatte „Hybrid“ vom AAS-Gerät wird mit den Betriebsspannungen + 5 V/+ 24 V versorgt. Die Netzspannung liegt nur am Basis-Modul an. Während der Einschalt-Initialisierung wird die Netzfrequenz kontrolliert.

Daraus ergibt sich die folgende Einschaltreihenfolge:

1. HS 55 modular einschalten.
2. AAS-Gerät einschalten.
 - ✓ **Erste Messungen können gestartet werden.**

5.2.3 Wechsel zwischen den Betriebsarten

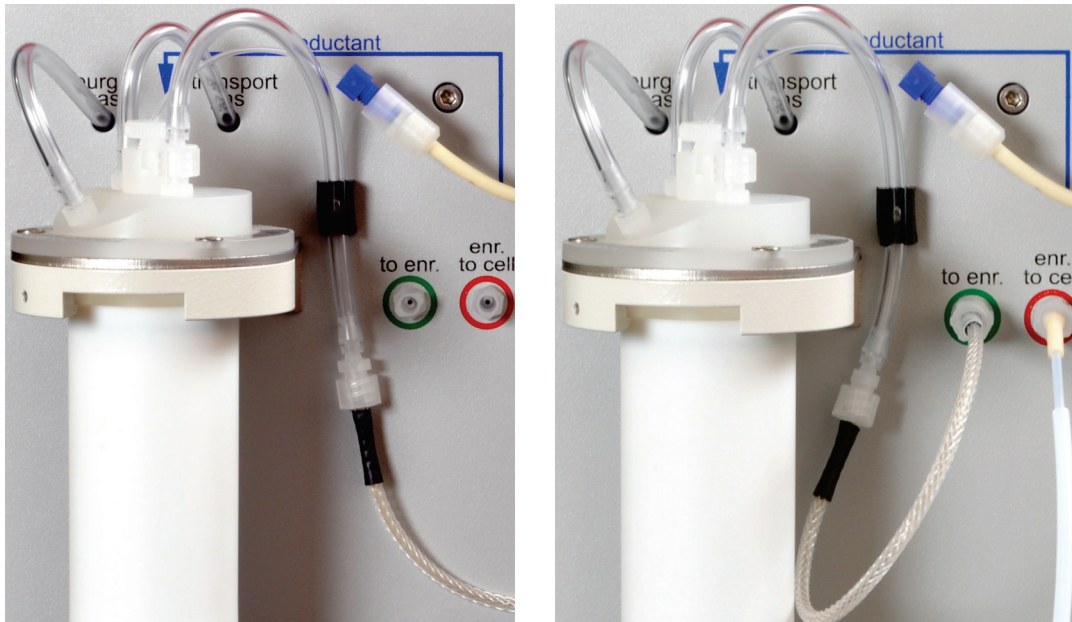
Für den Wechsel zwischen den Betriebsarten „Hybrid“ bzw. „Hg ohne Anreicherung“ und „Hg mit Anreicherung“ muss der Anwender die Verschlauchung an der Frontplatte des Batch-Moduls verändern.

Betriebsarten „Hybrid“ bzw. „Hg ohne Anreicherung“

1. Trockenschlauch auswählen: „Hy“ für die Hybridtechnik oder „Hg“ für die Quecksilberbestimmung.
2. Küvettenschlauch mit Trockenschlauch über die Luer-Kupplung weiblich verbinden.
3. Trockenschlauch über den Verbindungsschlauch am Gasausgang „to cell“ anschließen.

Betriebsart „Hg mit Anreicherung“

1. Trockenschlauch „Hg“ über den Verbindungsschlauch mit Gasanschluss „to cell“ am Batch-Modul und Anschluss „to enr.“ an der Frontplatte verbinden.
2. Küvettenschlauch mit Anschluss „enr. to cell“ an der Frontplatte verbinden.



Betriebsart „Hg ohne Anreicherung“

Betriebsart „Hg mit Anreicherung“

Bild 13 Verschlauchung an der Frontplatte des Batch-Moduls in verschiedenen Betriebsarten

Darüber hinaus ist die Küvette in die Küvetteneinheit des AAS-Gerätes einzulegen:

- Betriebsart „Hydrid“
Quarzküvette einlegen und mit Quarzfenstern verschließen
- Betriebsarten „Hg ohne Anreicherung“ und „Hg mit Anreicherung“
Hg-Küvette einlegen

5.3 Umrüsten des HS 55 modular

Die Funktionsmodule Fließinjektion und Batch des modularen Hg/Hydrid-Systems sind austauschbar und können vom Anwender ausgewechselt werden. Des Weiteren besteht die Möglichkeit, das Gerät mit einem Modul „Hg plus“ nachzurüsten.

Als Hilfsmittel dient dabei die Software HS Wizard. Nach dem Start des Programms wird zunächst die aktuelle Gerätekonfiguration abgefragt. Dann ist eine Zielkonfiguration wählbar. Der Anwender wird durch den Geräteumbau geführt.

5.3.1 Nachrüsten eines Moduls „Hg plus“



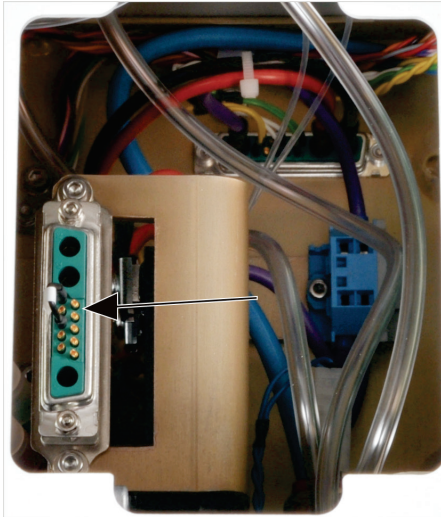
WARNUNG

Gefährliche elektrische Spannung! Zum Umbau AAS-Gerät und Hg/Hydrid-System ausschalten. Sowohl den Netzstecker des Hg/Hydrid-Systems als auch dessen Verbindungen zum AAS-Gerät und zur Küvetteneinheit abziehen.

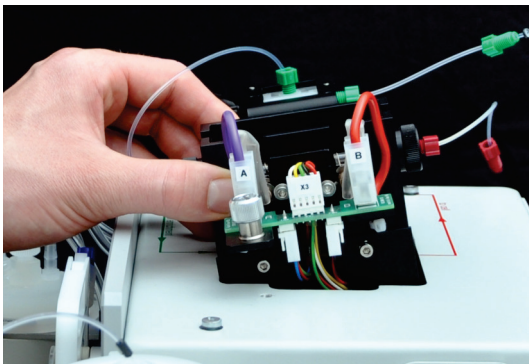
Mitgelieferte CD in den PC einlegen, die Software HS Wizard starten und den Anweisungen auf dem Bildschirm folgen.

1. Verwendetes Spektrometer auswählen.

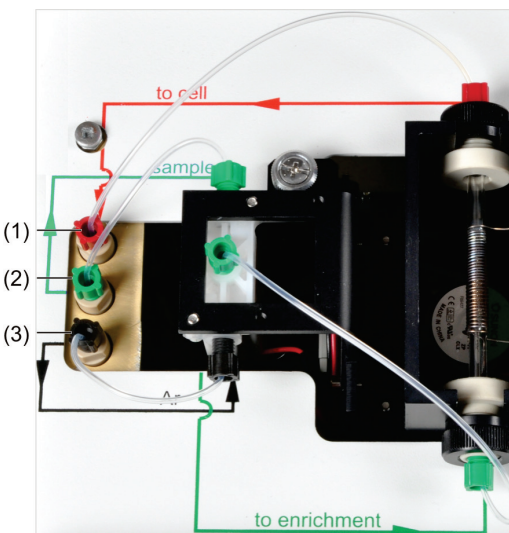
2. Ausgangskonfiguration des HS 55 modular auswählen.
3. Zielkonfiguration des HS 55 modular mit Anreicherung auswählen.
4. Modul „Hg plus“ nachrüsten:
 - Rote Haube vom HS 55 modular abnehmen.



- Kurzschlussstecker im Funktionsmodul nach oben ziehen.



- Modul „Hg plus“ einfädeln, mit Führungsstiften ausrichten und nach unten drücken, bis Steckverbindung hergestellt ist.
- Modul „Hg plus“ mit Rändelschrauben fixieren.



Schlauchverbindungen zum Funktionsmodul Batch über den Rahmen herstellen:

- Schlauch mit roten Hohl-schrauben auf hinteren Anschluss mit rotem Pfeil (1)
- Schlauch mit grünen Hohl-schrauben auf mittleren Anschluss mit grünem Pfeil (2)
- Schlauch mit schwarzen Hohl-schrauben auf vorderen Anschluss mit schwarzem Pfeil (3)

- Rote Haube wieder auf das Funktionsmodul aufsetzen.
- System mit dem Stromnetz, mit dem AAS-Gerät und der Küvetten-einheit verbinden. Gerät einschalten: zuerst HS 55 modular, dann AAS. Nach Initialisierung der Geräte in der Software Schaltfläche [Weiter] anklicken.

5. Bei AAS mit serieller Schnittstelle muss mit Spektrometer belegter COM-Port ausgewählt werden.
 - ✓ **Das Modul „Hg plus“ ist nachgerüstet und kann auf seine Funktion geprüft werden.**

Funktionstest des Moduls „Hg plus“

1. Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik HYDRID auswählen und Geräte-Konfiguration initialisieren.
2. Fenster Voreinstellungen mit [OK] schließen.
3. Schaltfläche [Hydridsystem] anklicken.
4. In der Registerkarte KONTROLLE unter KOLLEKTOR folgende Einstellungen wählen:
 - HEIZUNG EIN
 - ✓ **Die Heizspirale leuchtet auf.**
 - Heizung mit AUS stoppen.
 - KÜHLUNG EIN
 - ✓ **Ein vertikaler Luftstrom ist festzustellen.**
 - Kühlung mit AUS stoppen.
5. Fenster HYDRIDSYSTEM schließen.
 - ✓ **Das Modul „Hg plus“ ist funktionsbereit.**

5.3.2 Umrüsten des HS 55 modular vom Funktionsmodul Batch auf das Modul Fließinjektion und umgekehrt



WARNUNG

Gefährliche elektrische Spannung! Zum Umbau AAS-Gerät und Hg/Hydrid-System ausschalten. Sowohl den Netzstecker des Hg/Hydrid-Systems als auch dessen Verbindungen zum AAS-Gerät und zur Küvetteinheit abziehen.

Nach dem Umbau darf das Hg/Hydrid-System erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn das neue Funktionsmodul und das Basis-Modul ordnungsgemäß verschraubt sind.

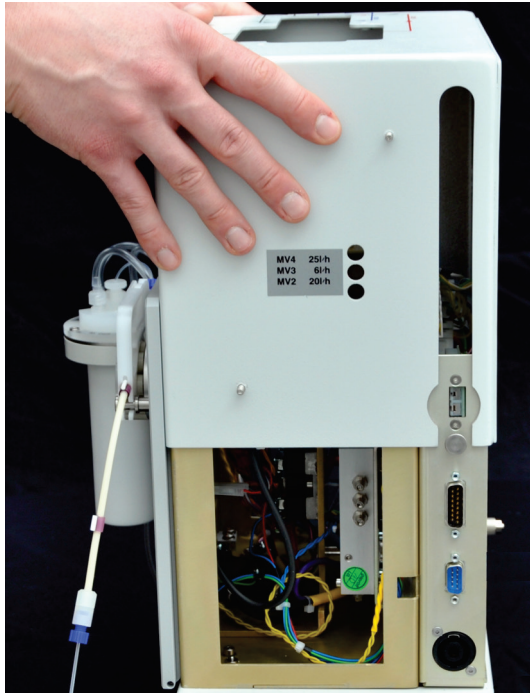
Mitgelieferte CD in den PC einlegen, die Software HS Wizard starten und den Anweisungen auf dem Bildschirm folgen.

1. In der Software verwendetes Spektrometer auswählen.
2. Ausgangs- und Zielkonfiguration des Hg/Hydrid-Systems auswählen.
3. Rote Haube abnehmen.
4. Falls das Hg/Hydrid-System mit einem Modul „Hg plus“ bestückt ist, muss diese vor dem Umbau entfernt werden:
 - Schlauchverbindungen zum Rahmen abschrauben.
 - Rändelschrauben am Modul „Hg plus“ lösen.

- Modul „Hg plus“ nach oben aus dem Funktionsmodul herausziehen und vorsichtig auf den Führungsstiften ablegen. Bitte darauf achten, dass keine Schläuche o.ä. abgeknickt werden.

5. Funktionsmodul umrüsten:

- Ansaugschlauch aus der Vorratsflasche ziehen und abwischen, um ein Abtropfen zu vermeiden.
- Vorratsflasche aus dem Flaschenhalter nehmen und neben dem Hg/Hydrid-System abstellen.
- Argonschlauch von der Schottverschraubung an der Rückseite lösen.



- Verschraubung an der Haube des Funktionsmoduls lösen und Haube abnehmen.



- Verschraubung des Funktionsmoduls lösen (4 Schrauben).
- Funktionsmodul nach oben vom Basis-Modul abziehen und vorsichtig auf den Führungsstiften abstellen. Bitte darauf achten, dass keine Schläuche abgeknickt werden.

- Neues Funktionsmodul auf das Basis-Modul setzen, einrasten und anschrauben.
 - Argonschlauch wieder mit der Schotttverschraubung an der Rückseite des Gerätes verbinden.
 - Haube auf das Funktionsmodul setzen und anschrauben.
 - Vorratsflasche in den Flaschenhalter stellen und Ansaugschlauch bis zum Stopper eintauchen.
6. Modul „Hg plus“ (falls vorhanden) wieder einbauen (siehe 5.3.1):
- Modul „Hg plus“ einfädeln, mit Führungsstiften ausrichten und nach unten drücken, bis Steckverbindung hergestellt ist.
 - Modul „Hg plus“ mit Rändelschrauben fixieren.
 - Schlauchverbindungen zum neuen Funktionsmodul über den Rahmen herstellen (siehe Kapitel 5.3.1):

Schlauch mit roten Hohlschrauben auf hinteren Anschluss mit rotem Pfeil

Schlauch mit grünen Hohlschrauben auf mittleren Anschluss mit grünem Pfeil

Schlauch mit schwarzen Hohlschrauben auf vorderen Anschluss mit schwarzem Pfeil

7. Rote Haube wieder auf das Funktionsmodul aufsetzen.
8. System mit dem Stromnetz, mit dem AAS-Gerät und der Küvetteneinheit verbinden. Gerät einschalten: zuerst Hg/Hydrid-System, dann AAS. Nach Initialisierung der Geräte in der Software Schaltfläche [Weiter] anklicken.
9. Bei AAS mit serieller Schnittstelle muss mit Spektrometer belegter COM-Port ausgewählt werden.
- ✓ **Das neue Funktionsmodul (Fließinjektion/Batch) ist einsatzbereit.**

5.4

Installationsschritte HydrEA-Technik



WICHTIG

Bei der HydrEA-Technik wird keine Küvetteneinheit verwendet. Stattdessen wird auf den Anschluss des Temperatursensors ein Kurzschlussstecker gesteckt.

Nehmen Sie die Installationsschritte in folgender Reihenfolge vor:

1. Probengeber Graphit (AS-GF) installieren und justieren (entsprechend der Betriebsanleitung des AAS-Gerätes)
2. Graphitrohr beschichten.
3. Hg/Hydrid-System installieren.

5.4.1 Graphitrohr mit Iridium oder Gold beschichten



ACHTUNG!

Die Beschichtung des Graphitrohrs darf nicht mit der Titankanüle des Probengebers Graphit (AS-GF) erfolgen. Die Kanüle kann sonst nicht mehr für Messungen verwendet werden. Nehmen Sie die Beschichtung des Graphitrohrs nur mit der EA-Konfiguration des Probengebers vor (d. h. Dosierschlauch aus MFA).



WICHTIG

Das Graphitrohr wird für die Bestimmung hydridbildender Elemente mit Iridium beschichtet. Für die Bestimmung von Quecksilber wird eine Goldbeschichtung aufgetragen.

Es wird empfohlen, dreimal nacheinander je 50 µL Iridium- oder Gold-Stammlösung der Konzentration 1 g/L mit dem AS-GF oder von Hand in das Graphitrohr zu pipettieren und einzutrocknen. Beim Atomisieren der eingebrachten Substanz bleiben dann 150 µg metallisches Iridium bzw. Gold am Boden haften. Die Temperaturen beim Beschichten und Ausheizen des Graphitrohres dürfen 2200 °C bzw. 1000 °C nicht überschreiten, damit keine Iridium- bzw. Goldverluste auftreten.

1. Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik GRAPHITROHR und Rohrtyp WAND auswählen, Geräte-Konfiguration initialisieren.
2. Fenster VOREINSTELLUNGEN mit [OK] schließen.
3. Schaltfläche [Ofen] anklicken.
4. Registerkarte GRAFIK auswählen und in Zeile ROHR BESCHICHTEN ein Häkchen setzen.
5. Parameter für die Beschichtung festlegen.
 - Zyklen = Anzahl der Pipettierungen (empfohlen: 3)
 - Position = Position der Stammlösung auf dem Teller des Probengebers
 - Volumen [µL] = pro Zyklus zu pipettierende Probenmenge (empfohlen: 50 µL)
 - Element = Ir oder Au

In der Grafik auf dem Bildschirm wird der feste Temperatur-Zeitverlauf für die Rohrbeschichtung mit Iridium bzw. Gold dargestellt.
6. Probengefäß mit der Iridium- oder Gold-Stammlösung auf die gewählte Position auf den Teller des Probengebers stellen.
7. Beschichtung durch Anklicken der Schaltfläche [Start] beginnen.
 - ✓ **Das Graphitrohr wird mit Iridium bzw. Gold beschichtet.**

Beschichtungsprogramme						
Element	Schritt Typ	Temperatur [°C]	Rate [°C/s]	Haltezeit [s]	Spülgas	E/P
Ir	Trocknen	90	5	40	Max	
	Trocknen	110	1	40	Max	
	Trocknen	130	1	40	Max	
	Pyrolyse	1200	300	26	Stopp	
	Atomisieren	2100	500	8	Stopp	
	Ausheizen	2100	0	5	Mittel	
Au	Trocknen	80	5	25	Max	
	Trocknen	90	1	25	Max	
	Trocknen	110	5	10	Max	
	Pyrolyse	110	0	6	Stopp	
	Atomisieren	950	500	5	Stopp	
	Ausheizen	950	0	5	Mittel	

5.4.2 HS 55 modular für HydrEA-Betrieb installieren

1. Am Probengeber Graphit (AS-GF) Klemmutter der Schlauchführung lockern, Dosierschlauch herausziehen und in der Abfallflasche parken.
2. Titankanüle bis zur Krümmung in die Schlauchführung stecken und klemmen.
3. HS 55 modular entweder auf einen Tisch vor dem AAS-Gerät oder rechts/links davon anordnen.
4. Kurzschluss-Stecker am Anschluss des Temperatursensors der Küvetteneinheit anschließen.
5. Zwillingsleitung anschließen:
 - Stecker „AAS“ an Buchse „AS“ des AAS-Gerätes
 - D-Sub-Buchse „HS“ des dünneren Kabels an Anschluss „input 5 V/24 V DC“ des HS 55 modular (siehe Bild 12). D-Sub-Buchse „AS“ bleibt frei.
6. Signalleitung an Stecker „HS“ des AAS-Gerätes und Stecker „AAS – RS232“ des HS 55 modular anschließen.
7. Netzkabel einstecken.
8. Argonschlauch mit Schottverschraubung an der Rückseite verbinden.
9. HydrEA-Schlauch mit dem Koppelstück am Anschluss „to cell“ des Batch-Moduls anschließen und auf die Titankanüle des AS-GF stecken.
10. Vorratsflasche mit Reduktionsmittel (1,0 % NaBH₄ / 0,3 % NaOH) füllen.
11. Ansaugschlauch Reduktionsmittel (mit blauer Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch der 1-Kanal-Pumpe verbinden und bis zum Stopper in die Vorratsflasche für das Reduktionsmittel eintauchen.
12. Schlauchkassette am HS 55 modular einhängen und Rasthebel einstellen.

- ✓ **Damit ist das HS 55 modular am AAS-Gerät installiert und für die HydrEA-Technik vorbereitet.**

5.4.3 Probengeber Graphit mit Titankanüle justieren

1. Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik HYDREA auswählen und Geräte-Konfiguration initialisieren.
2. Fenster VOREINSTELLUNGEN mit [OK] schließen.
3. Schaltfläche [Probengeber] anklicken. Registerkarte TECHN. PARAMETER auswählen und Schaltfläche [Probengeber zum Ofen ausrichten] anklicken.

Die Software leitet Sie nun Schritt für Schritt bei der Justierung in x,y-Richtung und beim Absenken der Titankanüle an.

4. Justierhilfe einsetzen:
 - novAA 400 P / contrAA 700 / contrAA 600: Justierhilfe mit Fadenkreuz in die Pipettieröffnung einsetzen.
 - ZEEnit 700 P / ZEEnit 650 P: Linkes Ofenfenster entfernen, Graphitrohr aus dem Ofen entfernen. Justierhilfe mit Bohrung von links in den Ofenmantel einsetzen.
5. Den Anweisungen der Software weiter folgen:
 - In y-Richtung (Probenraumtiefe) durch Verstellen der Justierschraube justieren und anschließend mit der Kontermutter sichern.
 - In x-Richtung (parallel zur optischen Achse) zunächst mit den Pfeiltasten im Justierbild ausrichten. Die Feineinstellung mit den seitlichen Justierschrauben gegen die Probenraumanschläge vornehmen.
 - Justierung so abschließen, dass die Titankanüle gerade mit der oberen Kante der Justierhilfe abschließt.

Maximale Schrittzahl: Zeemanofen – 682 Schritte, novAA/contrAA-Ofen – 566 Schritte

6. Nach optimaler Einstellung die Schrittzahl in x-Richtung und die Tiefe durch Anklicken der Schaltfläche [WEITER] in der Software speichern.

- ✓ **Der Probengeber geht in die Ausgangslage zurück.**

7. Justierhilfe entfernen. Graphitrohr vorbereiten:
 - novAA 400 P / contrAA 700 / contrAA 600: Graphittrichter in die Pipettieröffnung einsetzen.
 - ZEEnit 650 P / ZEEnit 700 P: linkes Ofenfenster einsetzen, Standard-Graphitrohr bzw. beschichtetes Graphitrohr einsetzen, Zeemanofen schließen.
8. Injektionstiefe der Probe ins Graphitrohr justieren:
 - Klemmmutter lockern, Titankanüle auf Rohrboden aufsetzen, Lage der Kanüle dabei mit Ofen-Kamerabild oder Beobachtungsspiegel prüfen.



WARNUNG

Beobachtungsspiegel auf keinen Fall am contrAA verwenden! UV-Strahlung schädigt die Augen.

-
- Kanüle mit Klemmmutter fixieren.

9. Injektionstiefe über dem Rohrboden einstellen (ca. 0,5 mm). Eintauchtiefe mit der Schaltfläche [Fertigstellen] speichern.
 - ✓ **Der Probengeber ist justiert und damit für Messungen vorbereitet.**

Einschaltreihenfolge

Die Steuerleiterplatte „Hybrid“ vom AAS-Gerät wird mit den Betriebsspannungen + 5 V/+ 24 V versorgt. Die Netzspannung liegt nur am Basis-Modul an. Während der Einschalt-Initialisierung wird die Netzfrequenz kontrolliert.

Daraus ergibt sich die folgende Einschaltreihenfolge:

1. HS 55 modular einschalten.
2. AAS-Gerät einschalten.
 - ✓ **AS-GF, HS 55 modular und AAS-Gerät sind betriebsbereit.**

5.4.4 Beschichtetes Graphitrohr reinigen



WICHTIG

Das Iridium- bzw. Gold-beschichtete Graphitrohr kann in der HydrEA-Technik durch Ausheizen gereinigt werden. Die Iridium-Schicht würde sich bei Temperaturen über 2200 °C verflüchtigen, die Gold-Schicht bei mehr als 1000 °C. Diese Temperaturen sollten nicht überschritten werden.

3. Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik HYDREA auswählen und Geräte-Konfiguration initialisieren. Fenster mit [OK] schließen.
4. Schaltfläche [Ofen] anklicken. Registerkarte KONTROLLE auswählen und im Bereich OFEN AUSHEIZEN Parameter für die Reinigung des Graphitrohrs eingeben:
 - Temp. [°C] = 2200 (für Ir) bzw. 1000 (für Au)
 - Rate [°C/s] = 500 (= Temperaturanstieg)
 - Halten [s] = 10
5. Ausheizen des Graphitrohrs durch Anklicken der Schaltfläche [Start] starten.
 - ✓ **Das Graphitrohr wird durch kurzzeitiges Ausheizen gereinigt. Dieser Vorgang kann mehrfach wiederholt werden.**

5.4.5 Iridium- bzw. Goldschicht im Graphitrohr abdampfen



WICHTIG

Das von der Metallschicht befreite Graphitrohr kann als Standard-Graphitrohr in der Lösungsanalytik oder erneut für die HydrEA-Technik eingesetzt werden.

Vor dem Auftragen einer neuen Iridium- bzw. Gold-Schicht im Graphitrohr ist die verbrauchte Schicht mit einer Ausheiztemperatur von ≥ 2500 °C bzw. ≥ 1800 °C abzdampfen.

1. Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik HYDREA auswählen und Geräte-Konfiguration initialisieren. Fenster mit [OK] schließen.
2. Schaltfläche [Ofen] anklicken. Registerkarte KONTROLLE auswählen und im Bereich OFEN AUSHEIZEN Parameter für die Reinigung des Graphitrohrs eingeben:
 - Temp. [°C] = 2500 (Ir) bzw. 1800 (Au)
 - Rate [°C/s] = 500 (= Temperaturanstieg)
 - Halten [s] = 10
3. Abdampfen der Metallschicht durch Anklicken der Schaltfläche [Start] starten.
 - ✓ **Das Graphitrohr wird durch Ausheizen von der Metallschicht befreit.**

6 Wartung und Pflege

6.1 Sicherheitshinweise

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

Reparaturen am Gerät sind nur dem Kundendienst der Analytik Jena oder anderen autorisierten Personen gestattet.

Beachten Sie bei der Durchführung von Wartungsarbeiten die im Kapitel 3 „Sicherheitshinweise“ aufgeführten Sicherheitshinweise.

Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, sollte das HS 55 modular in einem jährlichen Zyklus durch den Kundendienst der Analytik Jena überprüft werden.

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

6.2 Tägliche Wartungsarbeiten

Arbeiten zur täglichen Inbetriebnahme

1. Schlauchkassette in die 1-Kanal-Pumpe einhängen.
 2. Andruck des Pumpschlauches durch Einstellen des Rasthebels herstellen.
 3. System mit Reduktionsmittel beladen:
 - Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik HYDRID auswählen und Geräte-Konfiguration initialisieren. Fenster mit [OK] schließen.
 - Schaltfläche [Hydrid] anklicken. Registerkarte KONTROLLE auswählen und in der Zeile KOMPONENTEN-PUMPE ein Häkchen setzen.
 - Pumpe starten und laufen lassen, bis Reduktionsmittel in den unter die Dosierspitze gehaltenen Reaktionsbecher tropft.
- ✓ **Das Gerät ist betriebsbereit.**

Arbeiten vor dem täglichen Ausschalten

1. Reduktionsmittelschlauch mit destilliertem Wasser oder schwach saurer Lösung spülen.
 2. Schlauch leer pumpen.
 3. Pumpschlauch durch Lösen der Schlauchkassette an der 1-Kanal-Pumpe entspannen.
 4. Reduktionsmittellösung im Kühlschrank aufbewahren.
- ✓ **Das Gerät kann ausgeschaltet werden.**

6.3 Sicherungswechsel



WARNUNG

Im Inneren des HS 55 modular gibt es Teile, die die Netzspannung führen. Vor den Wartungsarbeiten stets HS 55 modular ausschalten und den Netzstecker ziehen.

Die Netzeingangssicherungen befinden sich auf der rechten Seite des Basis-Moduls und sind beschriftet. Sie können vom Anwender ausgetauscht werden.

Nummer der Sicherung	Sicherungstyp für Netzspannung 230 V	Sicherungstyp für Netzspannung 110 V
F1	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H
F2	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H

6.4 Reduktionsmittelschläuche warten



WICHTIG

Prüfen Sie den Pump- und Dosierschlauch für das Reduktionsmittel regelmäßig visuell auf Abnutzung und Formveränderung. Die Schläuche müssen nicht nur bei starkem Verschleiß ausgetauscht werden, sondern auch dann, wenn das Reduktionsmittel (NaBH_4 / SnCl_2) gewechselt wird.



VORSICHT! Verätzungsgefahr!

Die Reduktionsmittellösung ist ätzend. Vor dem Wechsel den Schlauch spülen und leer pumpen!

Komplettes Schlauchset erneuern

Bei stärkerem Verschleiß oder Kontamination muss das komplette Schlauchset für das Reduktionsmittel (Ansaugschlauch, Pumpschlauch, Dosierschlauch) getauscht werden.

1. Klemmschraube am Batch-Modul lösen und den Dosierschlauch (MFA) herausziehen.
2. Schlauchkassette aushängen, Pumpschlauch entnehmen.
3. Den neuen Pumpschlauch in die Kassette einlegen. Pumprichtung beachten!
4. Schlauchkassette einhängen und andrücken.
5. Den neuen Dosierschlauch (MFA) in das Batch-Modul einführen. Klemmschraube fest anziehen.



WICHTIG

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

6. Ansaugschlauch bis zum Stopper in die Vorratsflasche stecken.
 - ✓ **Das neue Schlauchset ist betriebsbereit.**

6.5 Trockenschlauch austauschen

Die Trockenschläuche sind funktionstüchtig, solange die Oberfläche nicht durch Partikel oder Kondensat verschmutzt ist. Tauschen Sie verschmutzte Trockenschläuche immer aus.

1. Trockenschlauch vom Schlauchstück am Ausgang „to cell“ des Batch-Moduls und vom Küvettenschlauch bzw. vom Eingang „to enr.“ an der Frontplatte lösen.
2. Neuen Trockenschlauch mit dem Schlauchstück am Ausgang „to cell“ des Batch-Moduls und dem Küvettenschlauch verbinden.

Bei der Betriebsart „Hg mit Anreicherung“ zweites Schlauchende mit der Hohlschraube auf den Anschluss „to enr.“ an der Frontplatte festschrauben.

✓ **Der neue Trockenschlauch ist betriebsbereit.**

6.6 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.

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.

✓ **Die Flanschdichtung ist erneuert.**

6.7 Goldkollektor austauschen

Wenn bei der Hg-Bestimmung mit Anreicherung die erwartete Empfindlichkeit ausbleibt, die Absorptionspeaks stark verbreitert und wenig reproduzierbar sind, muss der Goldkollektor ausgetauscht werden.

Der Austausch ist ebenfalls empfohlen, wenn der Goldkollektor unvollständig ausheizt. Dies ist der Fall, wenn sich bei großen Konzentrationsunterschieden der neue Signalpegel nicht sofort, sondern erst über mehrere Messungen einstellt.



VORSICHT

Verbrennungsgefahr am heißen Kollektor! Goldkollektor mit Heizspirale abkühlen lassen.

1. MFA-Schläuche vom Goldkollektor abschrauben.
2. Steckkontakte der Heizspirale (4 und 6, Bild 14) von der Leiterplatte abziehen.
3. Verschraubung des Goldkollektors am Schacht lockern, Goldkollektor mit Heizspirale herausnehmen und Verschraubung abziehen.
4. Neuen Goldkollektor in die Verschraubung stecken.
5. Goldkollektor in den Schacht einführen, gleichzeitig Isolierhülsen auf dem Heizdraht (2, Bild 14) in die Nut stecken.

6. Goldkollektor bis zum Anschlag schieben und festschrauben.
7. Neue Heizspirale mit Steckkontakten auf der Leiterplatte stecken.
8. MFA-Schläuche mit Hohlschrauben in den Verschraubungen des Kollektors befestigen.

✓ **Der neue Goldkollektor ist betriebsbereit.**

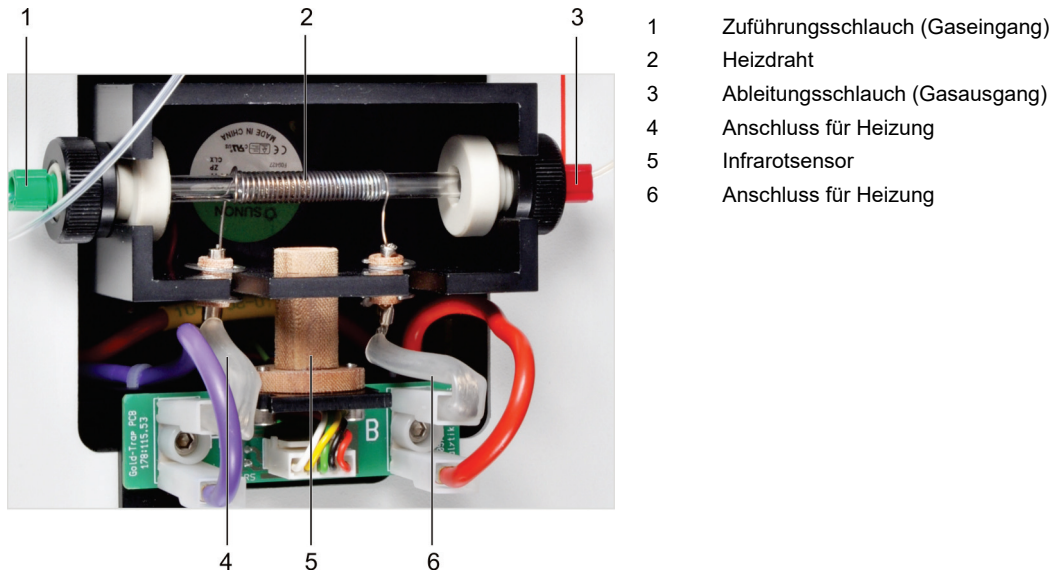


Bild 14 Anschlüsse am Goldkollektor

6.8 Küvettenfenster und Küvetten reinigen



VORSICHT

Verbrennungsgefahr! Vor Abnahme der Küvettenfenster und vor Entnahme der Küvette Küvetteneinheit abkühlen lassen.

Die aktuelle Küvetten­temperatur wird im Fenster HYDRIDSYSTEM, Registerkarte KONTROLLE angezeigt.

Arbeitsschritte beim Reinigen der Küvettenfenster



ACHTUNG

Vorsicht vor Verunreinigung der Küvettenfenster! Fingerabdrücke brennen sich ein. Nicht auf die Küvettenfenster fassen. Gummihandschuhe tragen!

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

✓ **Die Küvettenfenster sind gereinigt.**

Arbeitsschritte beim Reinigen der Küvette

**WARNUNG**

Flusssäure ist stark ätzend und giftig. Unter dem Abzug arbeiten. Schutzausrüstung (Gummihandschuhe, Gummischürze und Gesichtsschutz) tragen.

1. Küvetteneinheit entriegeln und aufklappen.
 2. Küvette herausnehmen und Schläuche abziehen.
 3. Küvette 5 bis 10 Minuten in kalter 40%-iger Flusssäure reinigen.
 4. Abgelösten Film aus dem Rohrrinneren durch intensives Bürsten mit geeigneter Rundbürste unter fließendem Wasser entfernen.
 5. Küvette mit destilliertem Wasser spülen und trocknen lassen.
-

**WARNUNG**

Endflächen der Küvette auf Unversehrtheit prüfen! Gefahr der Knallgasbildung! Beschädigte Küvette tauschen und nicht weiter verwenden!

6. Küvette in den Heizmantel einlegen und Küvetteneinheit verriegeln.
 7. Küvettenfenster mit Fassung beidseitig aufstecken und mit Blattfedern festklemmen. Dabei korrekte Anlage der Küvettenfenster an der Küvette kontrollieren!
- ✓ **Die gereinigte Küvette ist wieder einsatzbereit.**

7 Hilfs- und Betriebsstoffe



WARNUNG

Beim Umgang mit den Hilfs- und Betriebsstoffen sind generell Schutzbrille und Schutzhandschuhe zu tragen. Die Hinweise auf den Etiketten sind zu beachten.

Natriumborhydrid (NaBH_4) und Natriumhydroxid (NaOH) sind stark ätzend, hygroskopisch und in Lösung äußerst aggressiv. Konzentrierte Salzsäure (HCl , 37 %) ist stark ätzend. Die Standardlösung für Arsen (1 g/L) verursacht schwere Haut- und Augenreizungen. Sie ist krebserregend. Bei der Handhabung und Entsorgung dieser Gefahrstoffe ist Achtsamkeit geboten.

Für den Betrieb des HS 55 modular werden die folgenden Hilfs- und Betriebsstoffe benötigt:

Hilfs- oder Betriebsstoff	Herstellung
Reduktionsmittel	
Lösung 1: 3 % NaBH_4 + 1 % NaOH (Stammlösung)	7,5 g NaBH_4 und 2,5 g NaOH (Plättchen) in 250 mL dest. Wasser lösen (Ultraschallbad). Lösung 1 ist 4–6 Wochen im Kühlschrank haltbar.
Lösung 2: 1,0 % NaBH_4 + 0,3 % NaOH (einsatzfertig)	100 mL von Lösung 1 werden mit dest. Wasser auf 300 mL aufgefüllt. Lösung 2 ist 1–2 Wochen im Kühlschrank haltbar.
Kalibration Arsen	
Reduktionslösung: 5 % KI + 5 % Ascorbinsäure Die Lösung dient der Reduktion von $\text{As}(+V)$ zu $\text{As}(+III)$	2,5 g Kaliumiodid und 2,5 g Ascorbinsäure in einem sauberen verschließbaren Gefäß einwiegen und mit dest. Wasser auf 50 mL auffüllen. Die Lösung ist mehrere Tage im Kühlschrank haltbar. Bitte nicht mehr verwenden, wenn leichte Braunfärbung vorhanden!
Standardlösungen Arsen für die Hydrid-Technik: 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 $\mu\text{g/L As}$ Weitere Standards: 2,0 $\mu\text{g/L}$: 200 μL Lösung 2 4,0 $\mu\text{g/L}$: 400 μL Lösung 2 6,0 $\mu\text{g/L}$: 600 μL Lösung 2 8,0 $\mu\text{g/L}$: 800 μL Lösung 2 (Herstellung siehe Lösung 3)	Herstellung der Standards über eine Verdünnungsreihe Standard-Beispiel 10 $\mu\text{g/L As}$ Lösung 1: 1 g/L As (kommerzielle Standardlösung) Lösung 2: 1 mg/L As 100 μL von Lösung 1 werden mit 7 mL HCl 37 % (p.a.) versetzt und mit dest. Wasser auf 100 mL aufgefüllt. Lösung 3: 10 $\mu\text{g/L As}$ (einsatzfertig) 1 mL von Lösung 2 werden mit 7 mL HCl 37 % (p.A.) und 1 mL Reduktionslösung versetzt. Nach 45 min Warten wird mit dest. Wasser auf 100 mL aufgefüllt. Lösung 3 täglich frisch bereiten!

Hilfs- oder Betriebsstoff	Herstellung
<p>Standardlösungen Arsen für die HydrEA-Technik: 0 / 0,2 / 0,4 / 0,6 / 0,8 / 1,0 µg/L As</p> <p>Weitere Standards: 0,2 µg/L: 200 µL Lösung 3 0,4 µg/L: 400 µL Lösung 3 0,6 µg/L: 600 µL Lösung 3 0,8 µg/L: 800 µL Lösung 3 (Herstellung siehe Lösung 4)</p>	<p>Herstellung der Standards über eine Verdünnungsreihe</p> <p>Standard-Beispiel 1 µg/L As Lösung 1: 1 g/L As (kommerzielle Standardlösung)</p> <p>Lösung 2: 10 mg/L As 1 mL von Lösung 1 werden mit 7 mL HCl 37 % (p.a.) versetzt und mit dest. Wasser auf 100 mL aufgefüllt.</p> <p>Lösung 3: 100 µg/L As 1 mL von Lösung 2 werden mit 7 mL HCl 37 % (p.A.) versetzt und mit dest. Wasser auf 100 mL aufgefüllt. Lösung 3 ist 4–5 Tage haltbar!</p> <p>Lösung 4: 1,0 µg/L As (einsatzfertig) 1 mL von Lösung 3 werden mit 7 mL HCl 37 % (p.A.) und 1 mL Reduktionslösung versetzt. Nach 45 min Warten wird mit dest. Wasser auf 100 mL aufgefüllt. Lösung 4 täglich frisch bereiten!</p>

8 Transport und Lagerung

8.1 Transport

Beachten Sie beim Transport folgende Hinweise:

- Vor dem Transport ist das HS 55 modular stets auszuschalten. Sowohl den Netzstecker des Hg/Hydrid-Systems als auch dessen Verbindungen zum AAS-Gerät und zur Küvette abziehen.
- Stellen Sie die Gasversorgung ab und lösen Sie den Argonschlauch an der Rückseite des Gerätes.
- Es besteht Verletzungsgefahr durch nicht ordnungsgemäß gesicherte Teile! Beim Transport sind die Gerätekomponenten zu sichern.
- Transportieren Sie das Gerät nur in der Originalverpackung! Achten Sie darauf, dass alle Module fest verschraubt bzw. ausgebaut sind und das Gerät vollständig entleert ist. Spülen Sie gründlich den Pump- und Dosierschlauch, damit keine Reduktionsmittellösung abtropfen kann. Die Lösung ist aggressiv und greift die Kleidung an.
- Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, ist beim Umsetzen (Heben und Tragen) des Gerätes im Labor Folgendes zu beachten:
 - Das Hg/Hydrid-System besitzt eine Masse von ca. 14 kg. Da das Gerät keine Tragegriffe aufweist, fassen Sie das Gerät fest mit beiden Händen an der durchgehenden Platte des Basis-Moduls an.
 - Die Richtwerte und gesetzlich vorgeschriebenen Grenzwerte für das Heben und Tragen von Lasten ohne Hilfsmittel sind zu beachten und einzuhalten.

8.2 Lagerung



ACHTUNG

Umwelteinflüsse und die Bildung von Kondenswasser können zur Zerstörung einzelner Komponenten des HS 55 modular führen!

Eine Lagerung des HS 55 modular ist nur in klimatisierten Räumen zulässig. Die Atmosphäre sollte staubarm und frei von ätzenden Dämpfen sein.

Wird das HS 55 modular nicht sofort nach Lieferung aufgestellt oder wird es für eine längere Zeit nicht benötigt, ist es zweckmäßigerweise in der Originalverpackung zu lagern. In die Verpackung bzw. in das Gerät ist ein geeignetes Trockenmittel einzubringen, um Schäden durch Feuchtigkeit zu vermeiden.

Für die Lagerung sind folgende Bedingungen einzuhalten:

- Temperaturbereich: -40 °C bis +50 °C nach DIN 58390-2
- max. Luftfeuchte: max. 90 % bei +30 °C

9 Störungsbeseitigung

Bei der Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik kann es zu einer starken Schaumbildung in der Probe kommen. In diesem Fall sind einige Tropfen Entschäumer zuzusetzen: Dow-Corning DB 110A, Silikonentschäumer oder Octanol.

Bei unbekanntem Proben ist die Schaumbildung zu testen. Wird Schaum bis zur Quarzküvette mitgerissen, muss der Messvorgang sofort gestoppt werden.

10 Entsorgung

Das HS 55 modular ist nach Ablauf der Lebensdauer mit allen elektronischen Komponenten nach den geltenden Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.