

Manual de usuario

HS 55 modular

Sistema de Hidruro/Hg batch

Sistema HydrEA batch



Fabricante Analytik Jena GmbH
Konrad-Zuse-Str.1
07745 Jena · Alemania
Teléfono + 49 3641 / 77 70
Fax + 49 3641 / 77 92 79
Correo electrónico info@analytik-jena.com

Servicio técnico Analytik Jena GmbH
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Alemania
Teléfono + 49 3641 / 77-7407 (Línea de atención)
Correo electrónico service@analytik-jena.com



Siga estas instrucciones para un uso apropiado y seguro.
Conservar para consultas posteriores.

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

Derechos de autor y
marcas comerciales contrAA y novAA son marcas registradas en Alemania propiedad de Analytik Jena GmbH. Microsoft y Windows son marcas registradas propiedad de Microsoft Corp. En este manual se prescinde del uso de la marcas ® o TM.

Edición B (01/2021)

Realización de la
documentación técnica Analytik Jena GmbH

© Copyright 2021, Analytik Jena GmbH

Contenido

1	Información básica	5
1.1	Indicaciones sobre el manual de usuario	5
1.2	Finalidad y uso previsto.....	5
2	Características técnicas	6
3	Indicaciones de seguridad	8
3.1	Indicaciones generales.....	8
3.2	Normas y directivas	8
3.3	Símbolos y palabras clave utilizados	8
3.4	Símbolos de seguridad en el HS 55 modular.....	9
3.5	Estado técnico	9
3.6	Requisitos del personal	10
3.7	Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento.....	11
3.8	Indicaciones de seguridad para el funcionamiento.....	11
3.8.1	Generalidades	11
3.8.2	Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios	12
3.8.3	Indicaciones de seguridad eléctricas	12
3.8.4	Indicaciones de seguridad para instalaciones y recipientes de gas comprimido	13
3.8.5	Manejo de materiales de trabajo y auxiliares.....	13
3.8.6	Indicaciones de seguridad para el mantenimiento y reparación.....	15
3.9	Comportamiento en caso de emergencia	15
4	Descripción técnica	17
4.1	Técnica y resumen de los sistemas de Hidruro/Hg.....	17
4.2	Configuración básica	19
4.3	Montaje del HS 55 modular	20
4.3.1	Bomba de manguera de un canal	20
4.3.2	Módulo batch	21
4.3.3	Grupo de cuatro válvulas para el control del gas.....	22
4.3.4	Módulo "Hg Plus".....	22
4.4	Procesos de medición	23
4.4.1	Funcionamiento discontinuo sin enriquecimiento	23
4.4.2	Funcionamiento discontinuo con enriquecimiento Hg.....	24
5	Puesta en marcha	25
5.1	Condiciones de colocación y de transporte	25
5.2	Pasos para la instalación de la técnica de hidruro y de Hg vapor frío	25
5.2.1	Montar las cubetas sobre el cuello del mechero.....	25
5.2.2	Instalar HS 55 modular en el aparato AAS	27
5.2.3	Cambio entre modos de funcionamiento	29

5.3	Reequipar el HS 55 modular	30
5.3.1	Reequipar un módulo "Hg plus"	31
5.3.2	Reequipar el HS 55 modular del módulo funcional batch al módulo inyección de flujo y viceversa	33
5.4	Pasos de instalación técnica HydrEA.....	35
5.4.1	Recubrir el tubo de grafito con iridio u oro	35
5.4.2	Instalar HS 55 modular para el funcionamiento HydrEA.....	36
5.4.3	Ajustar el automuestreador grafito con cánula de titanio	37
5.4.4	Limpiar tubo de grafito recubierto.....	38
5.4.5	Evaporar la capa de iridio u oro del tubo de grafito.....	39
6	Mantenimiento y cuidado.....	40
6.1	Indicaciones de seguridad.....	40
6.2	Tareas de mantenimiento diario.....	40
6.3	Cambio de fusibles	41
6.4	Mantenimiento de mangueras de agente reductor.....	41
6.5	Cambiar el tubo flexible de secado	42
6.6	Revisar y cambiar la junta de brida en el módulo batch	42
6.7	Cambiar colector de oro	42
6.8	Limpiar mirilla de la cubeta y cubetas	43
7	Materiales auxiliares y de trabajo	45
8	Transporte y almacenamiento.....	47
8.1	Transporte	47
8.2	Almacenamiento.....	47
9	Solución de errores	48
10	Eliminación de residuos	48

Ilustraciones

Fig. 1	HS 55 modular con AAS novAA 400 P	18
Fig. 2	HS 55 modular (Vista frontal)	19
Fig. 3	Esquema de funcionamiento del HS 55 modular	20
Fig. 4	Módulo batch	21
Fig. 5	Colector de oro	22
Fig. 6	Proceso de medición mercurio; funcionamiento discontinuo	23
Fig. 7	Proceso de medición mercurio; funcionamiento discontinuo con enriquecimiento	24
Fig. 8	Pasador de cierre en la placa del horno en el ZEE nit 650 P	26
Fig. 9	Alojamiento para la unidad de cubetas para el sistema de Hidruro/Hg en el ZEE nit	26
Fig. 10	Cubetas para la tecnología de hidruro y Hg-vapor frío	27
Fig. 11	Unidad de cubetas con cubeta de cuarzo (para la tecnología de hidruro)	27
Fig. 12	HS 55 modular – Conexiones en el lado derecho	28
Fig. 13	Colocación de los tubos en la placa frontal del módulo batch en los diferentes modos de funcionamiento	30
Fig. 14	Conexiones del colector de oro	43

1 Información básica

1.1 Indicaciones sobre el manual de usuario

El HS 55 modular está pensado para ser utilizado por personal cualificado que respete este manual de usuario.

El manual de usuario informa sobre el montaje y funcionamiento del HS 55 modular y proporciona al personal de servicio familiarizado con la analítica los conocimientos necesarios para manejar este equipo y sus componentes de forma segura. El manual de usuario ofrece además indicaciones para el mantenimiento y cuidado del equipo, y presenta las posibles causas y soluciones en caso de averías.

Normas del manual

Las instrucciones de manejo están numeradas cronológicamente, recopiladas en unidades y previstas con el resultado correspondiente.

Las enumeraciones no cronológicas se representan con puntos y las sub-enumeraciones con rayas.

Las indicaciones de seguridad están representadas con símbolos y una palabra clave. Se indican el tipo y la fuente de peligro, sus consecuencias y cómo evitarlo. El significado de los símbolos y palabras clave utilizados se explica en el capítulo "Indicaciones de seguridad".

Los elementos del software de control y evaluación se representan de la siguiente manera:

- Los términos específicos del programa aparecen en VERSALITA.
- Los botones se representan entre corchetes (p. ej., el botón [OK]).
- Los puntos del menú están separados por flechas (p. ej., ARCHIVO ▶ ABRIR).

1.2 Finalidad y uso previsto

El HS 55 modular sólo puede utilizarse conectado con un espectrómetro de absorción atómica de Analytik Jena. Las divergencias del uso previsto descrito en este documento resultarán en restricciones del derecho de garantía y de la responsabilidad del fabricante en el caso de un siniestro.

Si no se respetan las indicaciones de seguridad durante el manejo del HS 55 modular esto será considerado como una divergencia del uso previsto del equipo. Las instrucciones de seguridad aparecen en el mismo equipo, en el apartado 3 „Indicaciones de seguridad“ S.8 y en la descripción de los pasos de trabajo correspondientes.

2 Características técnicas

Características técnicas	
Denominación/Tipo	HS 55 modular
Técnicas (depende de la configuración instalada)	Técnica de hidruros Hg-Técnica de vapor frío sin enriquecimiento (=Hg cold vapor technique without enrichment) Hg-Técnica de vapor frío con enriquecimiento Técnica HydrEA
Modos de funcionamiento	Discontinuo (Funcionamiento Batch)
elementos determinables	As, Bi, Hg, Sb, Se, Sn, Te
Dimensiones (An x Al x Pr)	360 × 370 × 270 mm
Peso	aprox. 14 kg
Reactivos	
Agente reductor (RM)	Borohidruro de sodio NaBH ₄ con hidróxido de sodio NaOH en relación 3:1 Valor indicativo para concentración: 1,0 % NaBH ₄ + 0,3 % NaOH Cloruro de estaño SnCl ₂ como alternativa a la determinación de Hg
Grupos de función principales	
Bomba de manguera de un canal para transportar el agente reductor	Carga: Manguera Ismaprene ID = 2,06 mm; Tope: violeta Velocidad de bombeo: 4 niveles
Unidad de reacción	Módulo batch: Vaso de PTFE con suelo cónico
Módulo "Hg Plus"	Colector de oro: 0,5 g Aleación de oro y platino AuPt 10 como red de malla fina Temperatura de calentamiento: 630 °C regulado Refrigeración: Ventilador axial
Unidad de cubetas	Calefacción: eléctrica Temperatura para elementos formadores de hidruro: 600 °C a 950 °C Temperatura para Hg: Temperatura ambiente o 150 °C Estabilidad de temperatura: ±10 °C de la temperatura teórica
Cubetas de absorción	Cubeta de cuarzo con mirillas de cuarzo desmontables: Longitud 140 mm, ID 15 mm Cubeta Hg: Longitud 200 mm
Gas inerte argón	Pureza: mín. 99,999 Vol. % Presión de entrada: 600 kPa Presión de trabajo: 150 kPa Flujo de gas: purge gas (gas de purga): F2 = 15 L/h, transp. gas (gas de transporte): F3 = 6 L/h, F4 = 25 L/h, F3+F4 = 31 L/h

Tiempos de operación	<p>Wash time 1 (prelavado): Tiempo para aclarar el recipiente de reacción de aire</p> <p>AZ wait time: Tiempo de espera inmediatamente antes del equilibrio a cero.</p> <p>Pump time: Tiempo en el que la bomba de un canal bombea agente reductor al recipiente.</p> <p>Wash time 2,3: Tiempos para el transporte del gas de reacción con la corriente de argón.</p> <p>Heat. time collector: Tiempo que tarda la calefacción del colector de oro en encenderse.</p> <p>Cool time collector: Tiempo que tarda el ventilador del colector de oro en encenderse.</p>
Parámetros eléctricos	
Tensión eléctrica	según el módulo básico: 220-230 V o 100-110 V
Fusibles	Juego de fusibles G (5 × 20 mm) según EC 60127/250V Fusible F1/F2: T3,15 A/H para 230 V, T6,3 A/H para 110 V
Consumo de energía en el calentamiento	650 VA
Consumo de energía en funcionamiento continuo	400 VA
Condiciones ambientales	
Temperatura durante el transporte y almacenamiento	-40 °C a +50 °C según DIN 58390-2
Temperatura durante el funcionamiento	+10 °C a +35 °C
Humedad del aire	máx. 90 % a +30 °C
Protección contra la corrosión	resistente a la corrosión de las muestras de análisis
Altitud máxima recomendada	2000 m

3 Indicaciones de seguridad

3.1 Indicaciones generales

Para su propia seguridad y para garantizar un funcionamiento seguro y sin averías del equipo, lea cuidadosamente este capítulo antes de la puesta en marcha del HS 55 modular.

Siga las indicaciones de seguridad presentadas en este manual, así como los mensajes y avisos que se muestran en la pantalla procedentes del software de control y evaluación.



IMPORTANTE

En un manual de usuario aparte, se informa sobre los peligros especiales que pueden aparecer al trabajar con el equipo AAS.

3.2 Normas y directivas

El HS 55 modular está construido según las normas vigentes de la técnica y según los requisitos técnicos de seguridad establecidos.

Para la construcción del aparato se han aplicado las condiciones básicas de seguridad y salud de las leyes, normas y directrices correspondientes. La seguridad del equipo está garantizada a través del marcado CE y la declaración de conformidad.

Todos los datos de seguridad se refieren a las normas actualmente vigentes de la Unión Europea. En otros países, es necesario respetar las leyes y reglamentos locales.

Además de las indicaciones de seguridad de este manual y de las disposiciones de seguridad locales aplicables para el funcionamiento del aparato, también deben tenerse en cuenta las prescripciones para la prevención de accidentes, las prescripciones para la seguridad laboral y la protección del medio ambiente.

Las indicaciones sobre posibles peligros no sustituyen a la normativa sobre seguridad en el trabajo.

3.3 Símbolos y palabras clave utilizados

Para la indicación de peligros y/o indicaciones se utilizan los siguientes símbolos y palabras clave en el presente manual. Las indicaciones de seguridad se encuentran siempre delante de una actividad.



ADVERTENCIA

Avisa de una posible situación peligrosa.

Si no se evita, puede provocar lesiones graves o incluso la muerte.



PRECAUCIÓN

Avisa de una posible situación peligrosa.

Si no se evita, puede provocar lesiones leves o daños materiales.



ATENCIÓN

Avisa de una posible situación peligrosa.

Si no se evita esta situación, el producto o algo en su entorno se puede dañar.



IMPORTANTE

Indica sugerencias de aplicación y otra información útil, pero no supone ninguna situación peligrosa o perjudicial.

3.4 Símbolos de seguridad en el HS 55 modular

En el HS 55 modular y en los accesorios se encuentran símbolos de seguridad, cuyo significado se tiene que respetar obligatoriamente.

¡La ausencia de los símbolos de seguridad o daños en los mismos pueden ser causa de un manejo equivocado y provocar daños personales y materiales! ¡Los símbolos de seguridad no se deben retirar! ¡Los símbolos de seguridad dañados se deben sustituir inmediatamente!

En el HS 55 modular y en los accesorios se pueden encontrar los siguientes símbolos de seguridad:



Avisa de una posible situación peligrosa.



Superficies calientes



Atención: Antes de montar o desmontar, así como antes de abrir el aparato quitar los enchufes de la alimentación de red.

3.5 Estado técnico

El HS 55 modular está construido y diseñado según las reglas de la técnica actualmente vigentes. Las modificaciones no autorizadas, especialmente aquellas que puedan influir en la seguridad del personal y el medio ambiente, no están permitidas.

Observe las siguientes indicaciones:

- ¡Cualquier manipulación de los dispositivos de seguridad está prohibida!
- Las manipulaciones en las instalaciones de seguridad serán consideradas como intencionadas en caso de accidente.
- La entidad explotadora está obligada a utilizar el aparato sólo en un estado perfecto y seguro. El estado técnico debe corresponder en todo momento a las disposiciones y requisitos legales.
- Es necesario comprobar el correcto estado del aparato antes de cada aplicación por si presentara daños.

- Los usuarios deben informar inmediatamente a la entidad explotadora sobre cambios surgidos en el aparato que afecten la seguridad.
- Los componentes del equipo sólo deben conectarse a las líneas de suministro previstas y concebidas para ello.
- Todos los dispositivos de seguridad y bloqueos tienen que estar accesibles y tienen que revisarse regularmente para comprobar su funcionamiento correcto.

3.6 Requisitos del personal

El HS 55 modular sólo debe ser utilizado por personal técnico cualificado que haya sido instruido en el manejo del dispositivo. En las instrucciones también es necesario transmitir el contenido de este manual y de los manuales de los demás equipos complementarios.

El HS 55 modular puede provocar daños si es utilizado por personal no instruido y se hace un uso inadecuado o imprevisto.

Por tanto, toda persona encargada del manejo de este aparato debe haber leído y entendido este manual y los demás manuales de los equipos complementarios antes de llevar a cabo los trabajos correspondientes. Esto también se aplica cuando la persona encargada ya ha trabajado o ha sido instruida con un aparato similar.

Se recomienda a la entidad explotadora dejar que el personal de servicio confirme por escrito que conoce plenamente el contenido del manual. Por último, la entidad explotadora o el personal técnico autorizado por ella son responsables de un funcionamiento sin problemas del aparato.

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

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

Observe las siguientes indicaciones:

- El analizador sólo debe ser puesto en funcionamiento, utilizado y mantenido por personal debidamente formado e instruido.
- El uso o el mantenimiento del aparato por menores de edad o personas que se encuentren bajo la influencia de alcohol, drogas o medicamentos no está permitido.
- Es necesario asegurar que sólo personal autorizado trabaje en o con el aparato.
- El personal tiene que conocer los peligros que pueden provenir de las muestras a analizar y de los materiales utilizados. Es necesario utilizar los equipos de protección corporal adecuados.
- Antes de pausas y después de finalizar los trabajos, se deben realizar medidas de limpieza y protección cutánea adecuadas.
- ¡Está prohibido comer, beber, fumar o trabajar con fuego abierto en el lugar de emplazamiento del sistema de Hidruro/Hg!

3.7 Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento

Básicamente, el emplazamiento del HS 55 modular debe ser realizado por el servicio técnico de Analytik Jena o por personal formado y autorizado por la empresa.

Trabajos de instalación y montaje por cuenta propia están terminantemente prohibidos. Instalaciones deficientes pueden provocar graves daños.

Observe las siguientes indicaciones:

- ¡Existe peligro de lesión por piezas no aseguradas apropiadamente! Durante el transporte es necesario asegurar los componentes del equipo de acuerdo con lo dispuesto en el manual de usuario.
- Transportar el analizador únicamente dentro del embalaje original. Compruebe que todos los módulos están correctamente fijados y que el aparato está completamente vacío. Enjuague la manguera de bombeo y dosificación para que no pueda gotear solución reductora. La solución es agresiva y ataca la vestimenta.
- Para evitar daños contra la salud, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y cargar) el analizador en el laboratorio:
 - El sistema de Hidruro/Hg tiene un peso de aprox. 14 kg. Como el aparato no dispone de asas de transporte, debe sujetarlo firmemente con ambas manos de la placa que va de un extremo a otro del módulo básico.
 - Es necesario observar y atenerse a los valores indicativos y valores límite prescritos por la ley para el levantamiento y transporte de cargas sin medios auxiliares.

3.8 Indicaciones de seguridad para el funcionamiento

3.8.1 Generalidades

La entidad explotadora del HS 55 modular está obligada a garantizar antes de cada puesta en marcha el correcto estado del aparato, incluyendo todas las instalaciones de seguridad. Esto se aplica especialmente después de cada modificación, ampliación o reparación del aparato.

Observe las siguientes indicaciones:

- El aparato sólo se puede poner en marcha cuando todos los módulos y todas las instalaciones de seguridad (p.ej. tapas) estén presentes, instaladas reglamentariamente y funcionen correctamente.
- Es necesario comprobar regularmente el estado correcto de las instalaciones de seguridad y protección. Se deben resolver inmediatamente eventuales defectos.
- Las instalaciones de seguridad y protección no se deben retirar nunca durante el funcionamiento ni se deben modificar o poner fuera de servicio.
- Durante el funcionamiento es necesario garantizar, en todo momento, la accesibilidad al interruptor de red situado en la pared lateral derecha.

- Las modificaciones y ampliaciones en el equipo solo se podrán llevar a cabo de acuerdo con Analytik Jena. Las modificaciones no autorizadas pueden limitar la seguridad del funcionamiento del equipo, así como la garantía y el acceso al servicio técnico.
- Las instalaciones de ventilación del equipo tienen que estar en perfecto estado. Las rejillas y rendijas de ventilación tapadas pueden dar lugar a fallos de funcionamiento o pueden dañar el equipo.
- En la puesta en marcha del aparato existe el peligro de que la unidad de cubeta se corra si quedan restos de ácido en el sifón. El sifón del aparato AAS deberá enjuagarse a través de los empalmes de la cámara de mezcla con 0,5 L de agua antes de colocar la unidad de cubeta en los empalmes de la cámara de mezcla.
- Cuando se calienta la unidad de cubeta, se originan altas temperaturas. No se deben tocar las piezas calientes durante o justo después del funcionamiento del aparato. Tener en cuenta los tiempos de refrigeración hasta llegar a temperatura ambiente (1 h).
- Atención al tratar con piezas de vidrio. Existe peligro de rotura y, por tanto, peligro de lesión.
- Materiales inflamables deberán mantenerse alejados de las cubetas.

3.8.2 Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios

El HS 55 modular no puede ponerse en funcionamiento en entornos con peligro de explosión. ¡Está prohibido fumar o trabajar con fuego abierto en la sala de funcionamiento del sistema de Hidruro/Hg!

El personal de servicio debe conocer la ubicación de los dispositivos de extinción en la sala donde se utiliza el analizador.

3.8.3 Indicaciones de seguridad eléctricas

Los trabajos en los componentes eléctricos del HS 55 modular sólo deben ser realizados por electricistas especialistas según las normas electrotécnicas vigentes. El aparato se alimenta con tensión de red. Por lo que se producen tensiones eléctricas perjudiciales para la salud.

- El HS 55 modular deberá conectarse o desconectarse de la red cuando esté apagado. La conexión se hará con el enchufe múltiple que se suministra junto con el aparato AAS.
- La carcasa del aparato del módulo básico solo puede quitarla el personal de servicio técnico de Analytik Jena y personal especialmente autorizado.
- Para realizar trabajos en la instalación eléctrica deberá desconectar el enchufe de la toma de corriente.

- Es necesario que el personal técnico compruebe regularmente los componentes eléctricos. Todos los defectos, como conexiones sueltas, cables defectuosos o dañados, deben ser subsanados inmediatamente.
- En caso de averías en los componentes eléctricos deberá desconectar el aparato inmediatamente del interruptor de red (pared lateral derecha) y quitar el enchufe.

3.8.4 Indicaciones de seguridad para instalaciones y recipientes de gas comprimido

El gas inerte (argón) se toma de los recipientes de gas comprimido o de las instalaciones de gas comprimido. ¡Es necesario tener en cuenta la respectiva pureza del gas portador (ver capítulo 2 "Características técnicas" pág.6)!

Los trabajos en los recipientes o instalaciones de gas comprimido sólo deben ser llevados a cabo por personas con conocimientos especiales y expertas en el manejo de instalaciones de gas comprimido.

Observe las siguientes indicaciones:

- Para el manejo de recipientes o instalaciones de gas comprimido tienen que respetarse en su totalidad la normativa local y las directivas vigentes sobre seguridad.
- Las mangueras de presión y los manorreductores solo se pueden utilizar para los gases clasificados.
- Las conexiones, mangueras y atornilladuras deben comprobarse regularmente por si presentaran zonas no herméticas o daños evidentes en el exterior. Las zonas no herméticas y los daños deben repararse de inmediato.
- Antes de los trabajos de inspección, mantenimiento y reparación es necesario cerrar el suministro de gas.
- Después de la reparación y el mantenimiento de los componentes del recipiente y/o instalación de gas comprimido es necesario comprobar el estado de funcionamiento del HS 55 modular antes de volver a ponerlo en marcha.
- Trabajos de instalación y montaje por cuenta propia están terminantemente prohibidos.

3.8.5 Manejo de materiales de trabajo y auxiliares

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

Al manejar sustancias peligrosas, hay que respetar la normativa local vigente sobre seguridad.

Las indicaciones generales siguientes no sustituyen a las normas locales específicas o a las normas establecidas en las hojas de datos de seguridad de la CE del fabricante de los materiales auxiliares y de trabajo.

Observe las siguientes indicaciones:

- El HS 55 modular sólo puede utilizarse conectado con el AAS bajo una extracción de gases activa.
- Para todos los materiales auxiliares y de trabajo utilizados en relación con el funcionamiento y mantenimiento del HS 55 modular es necesario observar y respetar las disposiciones y las indicaciones de la hoja de datos de seguridad del fabricante correspondientes en cuanto al almacenamiento, manejo, aplicación y eliminación.
- No guardar en ningún caso material auxiliar o de trabajo en recipientes o vasos destinados a alimentos. Se debe utilizar siempre el recipiente adecuado para el material en concreto e identificarlo correspondientemente. Observar las indicaciones de las etiquetas.
- Al tratar reactivos es necesario llevar por regla general unas gafas y guantes de protección.
 - El borohidruro de sodio (NaBH_4) y el hidróxido de sodio son muy corrosivos, higroscópicos y, en solución, extremadamente agresivos. Evitar que la solución reductora gotee o rocíe.
 - Los trabajos de limpieza con ácido fluorhídrico y ácido clorhídrico deben realizarse debajo de una campana extractora. Para ello, deberá llevarse un equipo de protección individual apropiado (delantal de goma, guantes y máscara facial).
- Las muestras biológicas deben tratarse cumpliendo la normativa local sobre el manejo de materiales infecciosos.
- Los materiales auxiliares y de trabajo y sus recipientes no se deben eliminar como residuos domésticos ni dejar que lleguen a la canalización o a la tierra. Es necesario observar las disposiciones correspondientes para la eliminación de estos materiales.
- Al realizar mediciones en materiales que contengan cianuro hay que garantizar que la botella de residuos no contenga ácido cianhídrico.
- Los lugares de trabajo deben estar siempre bien ventilados.

ADVERTENCIA

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

- Mientras está en funcionamiento, no quitar el recipiente reactor durante el tiempo de reacción y de medición.

- Cerrar siempre la cubeta con las ventanas estancas al gas. En cuanto se producen pequeñas salidas en las superficies frontales de la cubeta deberá cambiarse.
- Llevar el gas desde la salida de la cubeta hasta el dispositivo extractor.

3.8.6 Indicaciones de seguridad para el mantenimiento y reparación

De principio, el mantenimiento del sistema de Hidruro/Hg debe ser realizado por el servicio técnico de Analytik Jena o por personal formado y autorizado por la empresa.

Los trabajos de mantenimiento realizados por cuenta propia pueden desajustar o dañar el analizador. Por ello, el usuario sólo debe llevar a cabo las tareas indicadas en el capítulo "Mantenimiento y conservación".

Observe las siguientes indicaciones:

- La limpieza exterior del sistema de Hidruro/Hg debe realizarse con el aparato apagado y con un paño ligeramente húmedo que no gotee.
- Todos los trabajos de mantenimiento y reparación del analizador deben realizarse siempre con el analizador apagado (siempre y cuando no se indique lo contrario).
- Los trabajos de mantenimiento y el cambio de componentes del sistema (p. ej. desmontaje de la cubeta) se deben realizar después de que el equipo se haya enfriado lo suficiente.
- Antes de los trabajos de mantenimiento y reparación, es necesario interrumpir el suministro de gas, de energía y ventilar el aparato.
- Solo se deben utilizar accesorios originales y piezas de repuesto de Analytik Jena. Se tienen que observar las indicaciones mencionadas en el capítulo "Mantenimiento y cuidado", pág. 40.
- Todos los dispositivos de protección deben instalarse inmediatamente después de los trabajos de mantenimiento y reparación y comprobar su funcionalidad.
- Tras cambiar los bloques funcionales (Batch/Flow injection) el sistema de Hidruro/Hg sólo se podrá volver a poner en funcionamiento cuando el módulo funcional y el módulo básico nuevos se hayan atornillado correctamente.

3.9 Comportamiento en caso de emergencia

- Si no existe peligro inminente de lesionarse, apague, si es posible, en caso de situaciones de peligro o de accidentes inmediatamente el interruptor de red de la pared lateral derecha o desconecte el enchufe de la toma de corriente. A ser posible, al apagar el aparato cierre de inmediato el suministro de gas.

Puesto que en caso de peligro, una rápida reacción puede salvar vidas, es necesario tener en cuenta:

- El personal de servicio debe saber en qué lugar se encuentran los dispositivos de seguridad, detectores de avería y peligro y los elementos de salvamento de primeros auxilios y estar familiarizados con su manejo.
- La entidad explotadora es responsable de la instrucción correspondiente del personal de servicio.
- Todos los elementos de primeros auxilios (botiquín de emergencia, líquidos para enjuagar los ojos, trajes, etc.), así como los medios para la extinción de fuegos (extintores) deben estar cerca y en todo momento fácilmente accesibles. Todos los elementos deben estar en perfecto estado y, por tanto, deben comprobarse regularmente.

4 Descripción técnica

4.1 Técnica y resumen de los sistemas de Hidruro/Hg

La tecnología de hidruro

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

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

La tecnología de vapor frío

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

La técnica HydrEA

La tecnología HydrEA combina la tecnología de hidruro, es decir, la tecnología Hg-de vapor frío con la tecnología de tubo de grafito. Sirve para la determinación selectiva ultrasensible de los elementos formadores de hidruro As, Bi, Sb, Se, Sn y Te y de Hg con el atomizador electrotérmico.

El sistema de Hidruro/Hg genera los hidruros de metal gaseosos o el vapor Hg atómico. El automuestreador grafito (AS-GF) los transporta con el gas portador argón hacia el horno de tubo de grafito. Allí se enriquecen a 300 °C de temperatura de precalentamiento sobre el tubo estándar con revestimiento de iridio o a 65 °C sobre el tubo estándar con revestimiento de oro para la atomización de pared. Los hidruros de metal o átomos Hg depositados se atomizan a temperaturas de 2100 °C o 950 °C. La nube de vapor de átomos absorbe la radiación primaria en la línea de resonancia.

Resumen de los sistemas de Hidruro/Hg

La gama de los sistemas de Hidruro/Hg abarca desde los sistemas batch (proceso por lotes) más sencillos para usuarios con un volumen escaso de muestras hasta los aparatos totalmente automatizados con inyección de flujo (= flow injection).

- HS 50: Sistema batch más sencillo con principio de funcionamiento neumático. La cubeta de cuarzo es calentada por la llama de aire-acetileno.
- HS 55 modular: Sistema batch con cubeta calentada eléctricamente con o sin módulo "Hg Plus" para la determinación Hg. La solución reductora se dosifica mediante una bomba de manguera de un canal.
- HS 60 modular: Sistema de Hidruro/Hg para funcionamiento con inyección de flujo con cubeta calentada eléctricamente con o sin módulo "Hg Plus"

Los sistemas de Hidruro/Hg pueden utilizarse, independientemente del nivel de equipamiento, para las técnicas anteriormente mencionadas.

El sistema de Hidruro/Hg HS 55 modular

El HS 55 modular se compone del módulo básico, el módulo funcional batch y el módulo "Hg Plus" como accesorio opcional. Los tres módulos están colocados unos encima de otros y conectados eléctricamente a través de un conector de varias entradas. El usuario puede cambiarlos o ampliarlos.

El HS 55 modular se puede utilizar en los siguientes aparatos AAS:

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



Fig. 1 HS 55 modular con AAS novAA 400 P

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

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

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

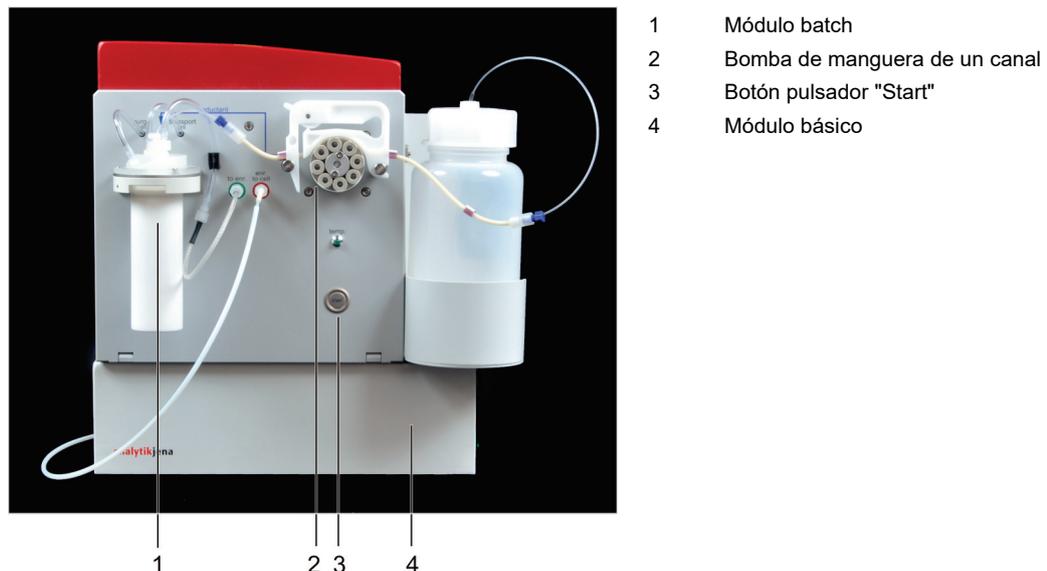


Fig. 2 HS 55 modular (Vista frontal)

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

El módulo "Hg plus" está insertado desde arriba en el módulo funcional batch y conectado eléctricamente. La colocación de los tubos se realiza hacia el marco del módulo funcional y desde este hacia la placa frontal. Al cambiar los modos de funcionamiento Hidruro/Hg sin enriquecimiento o Hg con enriquecimiento, el usuario cambia únicamente la colocación de los tubos en la placa frontal.

4.2 Configuración básica

El HS 55 modular trabaja en general con borohidruro de sodio NaBH_4 como agente reductor, para la determinación Hg también se puede utilizar cloruro de estaño SnCl_2 . Como gas portador y de purga se utiliza argón.



ATENCIÓN

El cambio del agente reductor requiere de trabajos de mantenimiento mayores. Todos los tubos que han estado en contacto con el agente reductor han de cambiarse y el sistema tiene que enjuagarse en profundidad.

La muestra se pipetea en el recipiente de reacción (máx. 20 mL). Este recipiente se fija al módulo Batch estanco a los gases. La bomba de manguera de un canal transporta el agente reductor al recipiente de reacción. La rápida y, en parte, fuerte reacción libera hidruro metálico gaseoso o vapor de Hg atómico. La corriente de argón y el hidrógeno que también se libera los dirige directamente a la cubeta de cuarzo o hacia el enriquecimiento Hg a través del colector de oro. El Hg enriquecido se libera al calentar el colector de oro y se transporta mediante una corriente de argón directamente conectada hacia la cubeta Hg.

Después del proceso de medición se retira el recipiente de medición, se enjuaga y se carga con una muestra nueva.

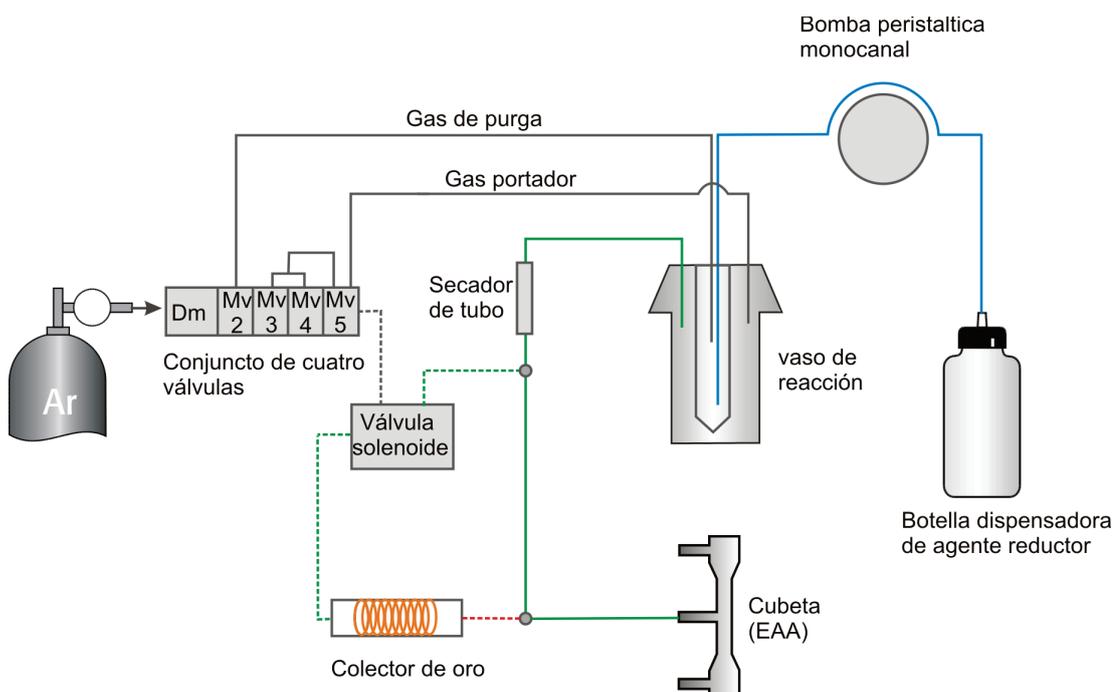


Fig. 3 Esquema de funcionamiento del HS 55 modular



IMPORTANTE

Encontrará información respecto el montaje técnico del aparato AAS en un manual de usuario aparte.

4.3 Montaje del HS 55 modular

4.3.1 Bomba de manguera de un canal

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

4.3.2 Módulo batch

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

La cabeza dispone de:

- Alimentaciones de gas, gas de purga ("purge gas" 15 L/h) y gas de transporte ("transp. gas" 6 L/h + 25 L/h) para argón
- Salida de gas para cubeta ("to cell")
- Junta de brida para recipiente de reacción
- Punta dosificadora

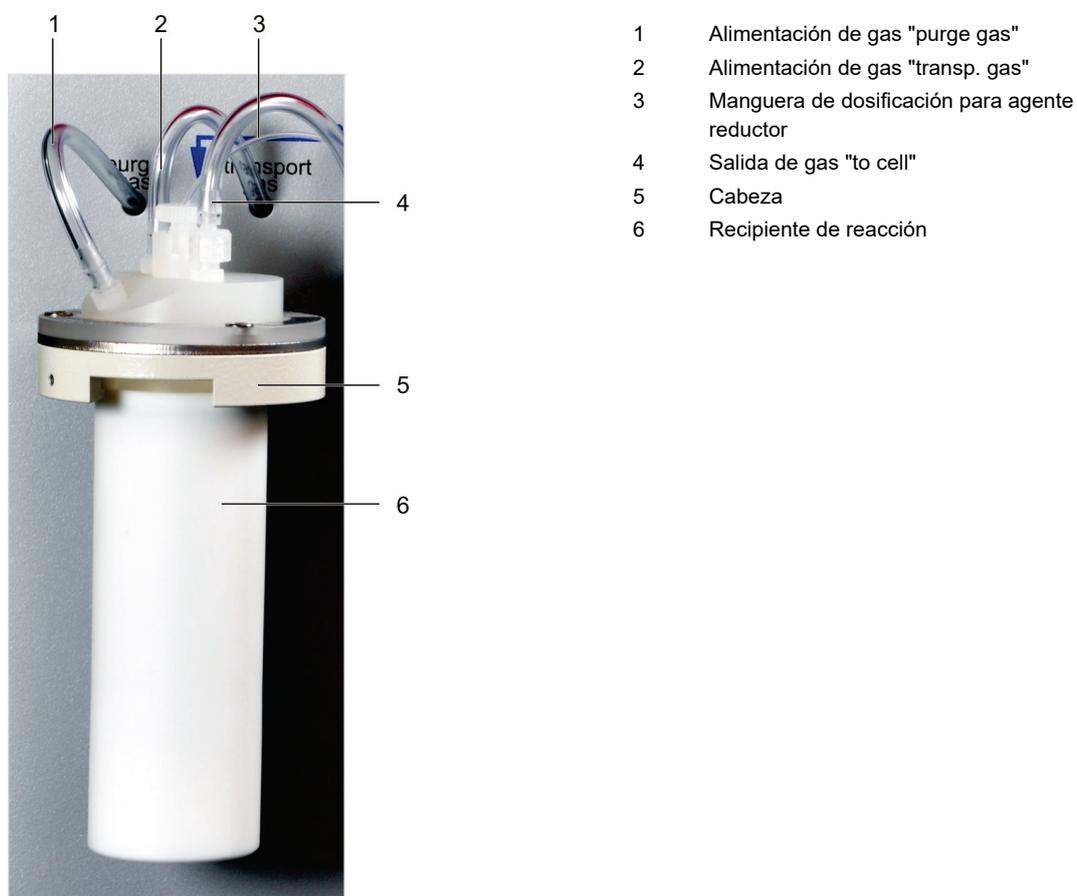


Fig. 4 Módulo batch

Reductor y gas de purga ("purge gas") se llevan a través de la punta de dosificación hasta el suelo del recipiente de reacción. La reacción con la muestra se inicia desde abajo y se acelera a través del gas de reacción liberado y el gas de purga. El gas de lavado saca el hidruro de metal o el vapor Hg liberado de la solución de la muestra. El gas de transporte ("transp. gas") entra arriba en el recipiente de reacción y transporta el hidruro de metal o el vapor Hg hacia fuera del recipiente de reacción hacia la cubeta o hacia el colector de oro.

4.3.3 Grupo de cuatro válvulas para el control del gas

El grupo de cuatro válvulas suministra flujos de gas establecidos para el funcionamiento batch y que son controlados por el software:

Válvula MV2: F2 con 15 L/h como "purge gas" constante a través de la punta de pipeta del módulo batch

Válvulas MV3/MV4: F3 con 6 L/h y F4 con 25 L/h como corriente de gas de transporte recopilado

4.3.4 Módulo "Hg Plus"

El módulo "Hg plus" es un accesorio opcional y el usuario puede ampliarlo. Se encuentra arriba en el módulo funcional. Incluye, además del pozo y el colector de oro, sensor y ventilador y una 3/2 válvula magnética. Esta válvula magnética conecta, según se elija, el gas de reacción para cargar y el flujo de gas directo para calentar el colector de oro.

El módulo "Hg plus" dispone, como componente esencial, de una red de oro y platino, de aprox 20 mm de ancho, enrollada flojo en un tubo de cuarzo donde está fijada. El colector de oro extrae al gas de reacción circulante los átomos Hg libres, los enriquece en la superficie de oro y los entrega durante el calentamiento a unos 630 C. El calor se aplica desde fuera mediante una espiral de calefacción que lo rodea. Un sensor de infrarrojos vigila la temperatura de calentamiento. El colector de oro se refrigera después del calentamiento mediante la corriente de aire de un ventilador axial.

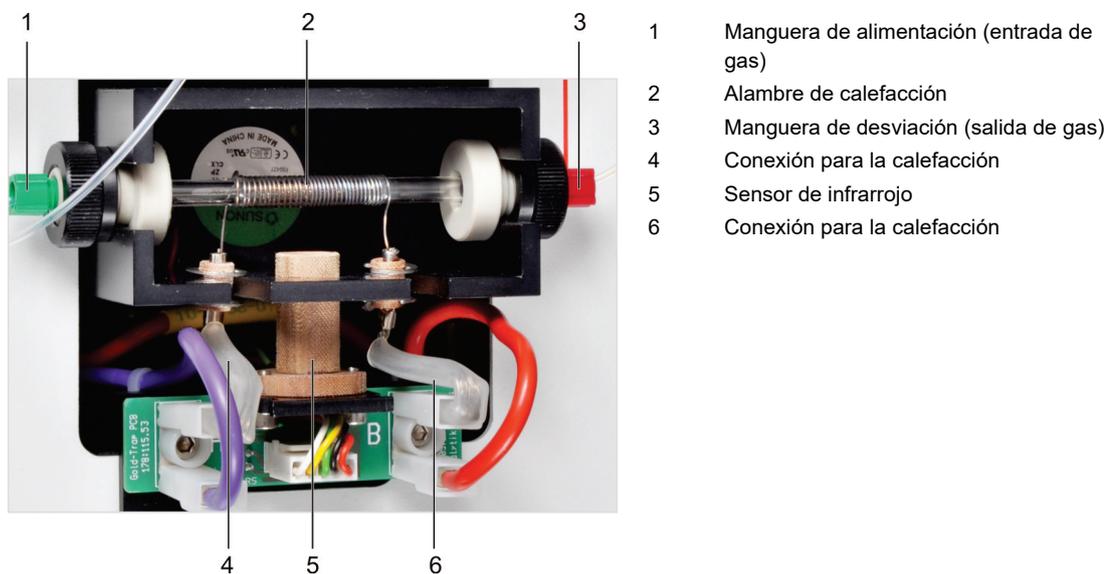


Fig. 5 Colector de oro

4.4 Procesos de medición



IMPORTANTE

Las mediciones se pueden iniciar mediante el HS 55 modular o mediante el software del aparato AAS. En el manual de instrucciones del aparato AAS encontrará información relativa a la realización de mediciones.

4.4.1 Funcionamiento discontinuo sin enriquecimiento

Inmediatamente al colocar el recipiente de reacción con una muestra nueva se inicia el proceso de medición. En tiempo de lavado 1 (Prewash time) al recipiente de reacción con flujo máximo de argón se le elimina el aire. El tiempo de lavado 1 no se realiza en el Hg, para que no se agote antes de tiempo como elemento fácilmente volátil.

Durante el tiempo de espera AZ (AZ wait time) para el flujo de gas seleccionado se configuran para la fase de medición condiciones de medición constantes en la cubeta, entonces se establece el valor cero (AZ) de 4 s como tiempo fijo. Para Hg el tiempo de espera AZ está bloqueado, el tiempo AZ se reduce a 2 s.

El arranque de la medición y el comienzo del bombeo es simultáneo. Durante el tiempo de bombeo la bomba de un canal transporta el agente reductor en el recipiente de reacción. El tiempo de enjuague 2 incrementa el estado de gas seleccionado. En tiempo de lavado 3 (Wash time 3) al recipientes de reacción y a la cubeta se le eliminan los productos de reacción con flujo de gas máximo.

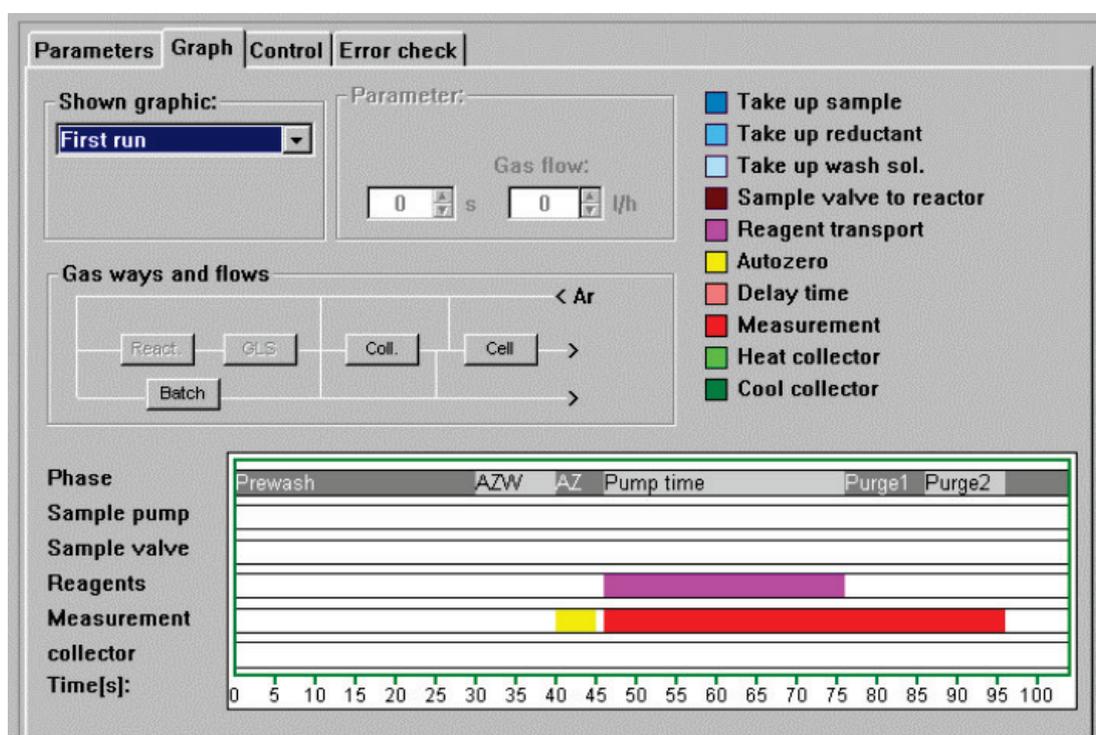


Fig. 6 Proceso de medición mercurio; funcionamiento discontinuo

4.4.2 Funcionamiento discontinuo con enriquecimiento Hg

Al colocar el recipiente de reacción con una muestra nueva, se puede iniciar el proceso de medición. No se tiene que aclarar el recipiente reactor.

Durante el tiempo de bombeo la bomba de un canal transporta el agente reductor al recipiente de reacción. Durante el tiempo de bombeo y el tiempo de lavado 1 (Wash time 1) que le sigue, el vapor Hg liberado se transporta hacia el colector de oro y allí se enriquece.

Durante el tiempo de espera AZ establecido (AZ wait time) de 2 s, se transporta gas fresco con el flujo que se haya seleccionado directamente a través del colector de oro hacia la cubeta y genera condiciones constantes para la medición del valor cero (AZ) sobre 4 s.

El calentamiento del colector de oro, el tiempo de lavado 2 y la medición se inician en el mismo momento. La corriente de gas seleccionada transporta el Hg liberado en el colector de oro hacia la cubeta.

Al calentamiento del colector de oro se une la refrigeración a temperatura ambiente.

En el tiempo de lavado 3 que le sigue, se lava el colector de oro y la cubeta con flujo de gas máximo.

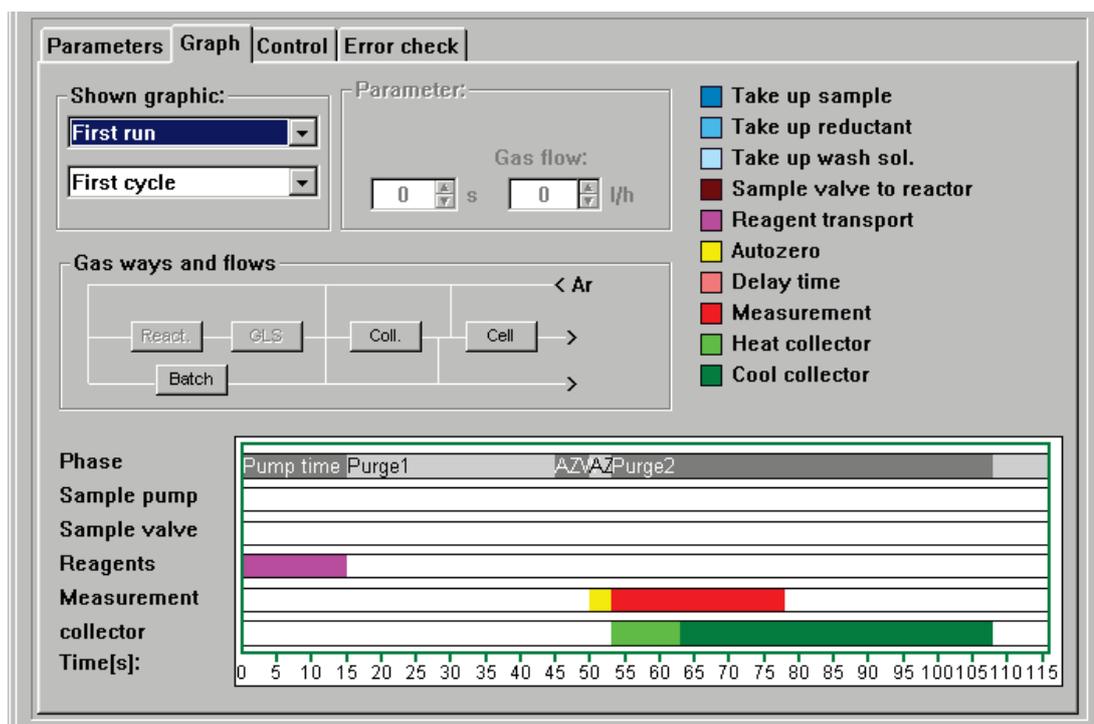


Fig. 7 Proceso de medición mercurio; funcionamiento discontinuo con enriquecimiento

5 Puesta en marcha

5.1 Condiciones de colocación y de transporte

El servicio técnico de Analytik Jena o personal autorizado por Analytik Jena son quienes colocan el sistema de Hidruro/Hg en su conjunto junto con el aparato AAS. Si se trata de un suministro suplementario también lo puede colocar el personal de la entidad explotadora.

La entidad explotadora se responsabiliza de todo lo que no forma parte del alcance de suministro, pero que sí es necesario para el funcionamiento del sistema de Hidruro/Hg. El funcionamiento requiere de unas condiciones determinadas referentes al emplazamiento y a la instalación. Para ello, lea el capítulo "Prerrequisitos del lugar de emplazamiento" del manual correspondiente al aparato AAS.



PRECAUCIÓN

Antes de cambiar el aparato de posición enjuagar bien la manguera de bombeo y dosificación para que no pueda gotear solución reductora. La solución de agente reductor es agresiva y ataca la vestimenta.



PRECAUCIÓN

El HS 55 modular tiene un peso de 14 kg. Para evitar daños a la salud se coge de la placa base que rodea el módulo básico.

5.2 Pasos para la instalación de la técnica de hidruro y de Hg vapor frío



ATENCIÓN

En caso de que la instalación no esté completa, el aparato emitirá un tono ininterrumpido. En ese caso, revise los pasos de instalación realizados.

5.2.1 Montar las cubetas sobre el cuello del mechero



ADVERTENCIA

Existe peligro de que se forme gas de mezcla de oxígeno e hidrógeno. La cubeta para la tecnología de hidruro (funcionamiento con calefacción) ha de estar cerrada estanca a los gases. Revise la cara final afilada de la cubeta. Cambie la cubeta si ve que hay pequeñas roturas.



ATENCIÓN

¡Peligro de corrosión! En caso de restos de ácido en el sifón existe el peligro de que la unidad de cubetas se corroa por el efecto de los vapores ácidos. Enjuagar el sifón a través de las boquillas de la cámara de mezcla con 0,5 L de agua antes de colocar la unidad de cubeta sobre las boquillas de la cámara de mezcla.

1. Desmonte la cabeza del quemador del cuello del quemador.
2. Enjuagar el sifón a través del cuello de la cámara de mezcla con 0,5 L de agua.

3. Colocar la cubeta en el cuello del quemador y bloquearlo.
4. Solo ZEEnit 650 P:
 - Soltar el tornillo de sujeción en la cara frontal bajo el horno de tubo de grafito, extraer el horno de tubo de grafito del compartimento de muestras.
 - Bloquear la placa del horno con un pasador de cierre.
 - Insertar la recepción para la unidad de cubetas en las conexiones previstas en la placa del suelo del compartimento de muestras.
 - Colocar la unidad de cubeta en la conexión y fijarla.

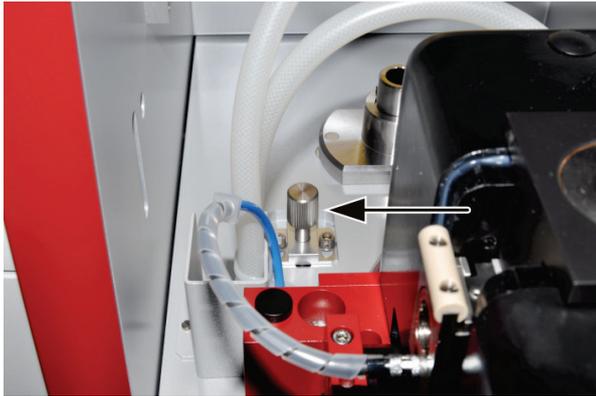
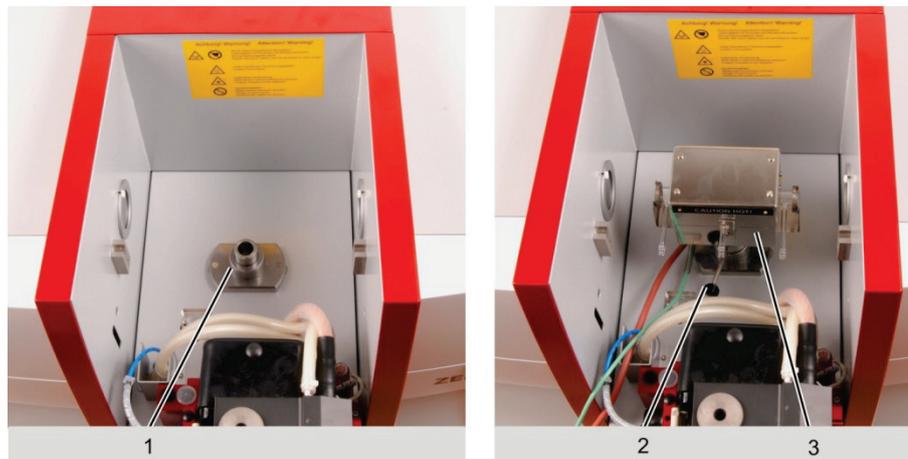


Fig. 8 Pasador de cierre en la placa del horno en el ZEEnit 650 P



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

Fig. 9 Alojamiento para la unidad de cubetas para el sistema de Hidruro/Hg en el ZEEnit

5. Abrir la unidad de cubetas hacia arriba y colocar la cubeta.



Cubeta de cuarzo para la tecnología de hidruro



Cubeta Hg

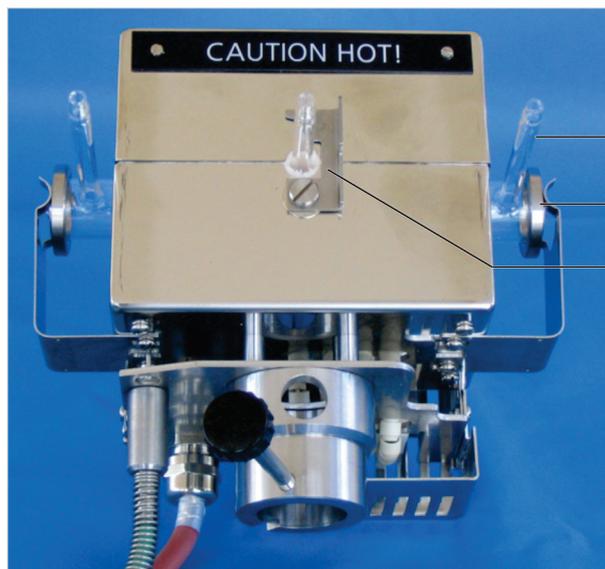
Fig. 10 Cubetas para la tecnología de hidruro y Hg-vapor frío

En la tecnología de hidruro:

- Insertar la cubeta de cuarzo, cerrar las unidades de cubetas y fijarlas.
- Colocar la fijación con mirilla de cuarzo en los dos lados y fijar con muelles. Colocar la manguera de desviación de gas en las boquillas exteriores y colgar la pieza en T en el compartimento de muestras detrás en la chapa del compartimento de muestras.

En tecnología de vapor frío de Hg:

- Insertar la cubeta Hg, cerrar las unidades de cubetas y bloquear.
- ✓ **Así queda instalada la unidad de cubetas en el aparato AAS.**



- | | |
|---|--------------------------------|
| 1 | Cubeta de cuarzo |
| 2 | Sujeción con mirilla de cuarzo |
| 3 | Cierre |

Fig. 11 Unidad de cubetas con cubeta de cuarzo (para la tecnología de hidruro)

5.2.2 Instalar HS 55 modular en el aparato AAS



IMPORTANTE

Las tensiones (+ 5V/+ 24 V) para el HS 55 modular las pone el aparato AAS.

1. Colocar el HS 55 modular a la derecha del aparato AAS o en una mesa al lado del aparato AAS.

2. Conectar la unidad de cubetas:



PRECAUCIÓN

En la conexión "cell heating" puede existir una tensión activa peligrosa. Tenga en cuenta las indicaciones de seguridad que aparecen en el capítulo 3.8.3.

- Conducto de calefacción a conexión "cell heating" (5, ver Fig. 12)
 - Conducto del sensor temperatura en la conexión "cell sensor" (1)
 - Fijar la toma de tierra del conducto del sensor con tornillo moleteado (1a)
3. Conectar conducto flexible doble:
- Conector "AAS" en el enchufe "AS" del aparato AAS
 - Conector D-Sub "HS" del cable más fino a la conexión "input 5 V/24 V DC" del HS 55 modular (2). Conector D-Sub "AS" se queda libre.
4. Conectar el conducto de señal al enchufe "HS" del aparato AAS y enchufe "AAS - RS232" del HS 55 modular (3).

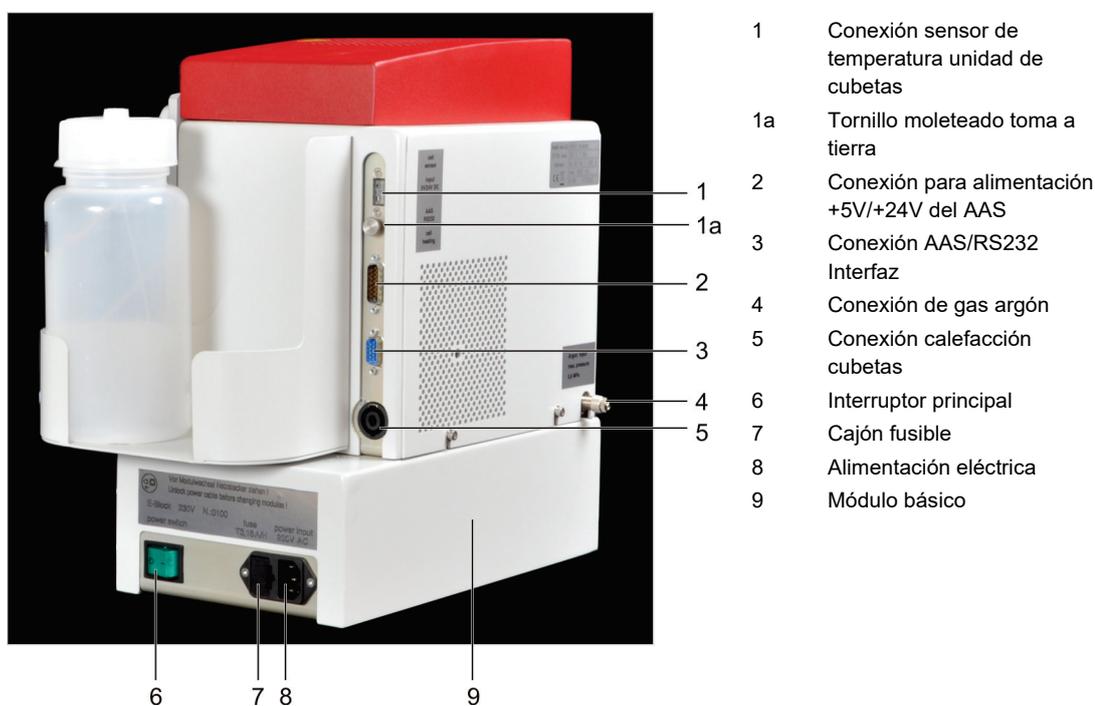


Fig. 12 HS 55 modular – Conexiones en el lado derecho

5. Conectar cable de red.
6. Conectar manguera de argón con racor de tubería en el lado trasero (4).
7. Elegir el tubo flexible de secado dependiendo del elemento que se quiere determinar (para elementos formadores de hidruro tipo "Hy", para mercurio tipo "Hg") y conectar:
- Enroscar manguera de conexión "Módulo batch tubo flexible de secado" en la salida "to cell" del módulo batch.
 - Conectar el tubo flexible de secado con la salida.

8. Conectar tubo flexible de secado y manguera de cubeta o módulo batch:
Para los modos de funcionamiento "Hg without enrichment" o "Hydride":
 - Conectar tubo flexible de secado "Hg" o "Hy" mediante acoplamiento Luer hembra con la manguera de la cubeta.Para el modo de funcionamiento "Hg with enrichment":
 - Enroscar tubo flexible de secado "Hg" a la conexión "to enr." (to enrichment – para enriquecimiento) en la placa frontal, enroscar manguera de cubeta a la conexión „enr. to cell“ (ver Fig. 13).
9. Llenar botella de provisión con agente reductor (1,0 % NaBH₄ / 0,3 % NaOH).
10. Conectar la manguera de aspiración de agente reductor (con tornillo hueco azul) con la manguera de bombeo de la bomba de un canal y sumergir hasta el tope en la botella de provisión para agente reductor.
11. Colgar la caja de manguera al HS 55 modular y ajustar la palanca de trinquete.
 - ✓ **Así el HS 55 modular queda instalado al aparato AAS y está preparado para las mediciones.**

Secuencia de encendido

El circuito impreso de control "Hidruro" del aparato AAS se alimenta con una tensión de servicio de + 5 V/+ 24 V. El módulo básico es el que tiene tensión de red. Durante el encendido se controla la frecuencia de red.

De ahí se obtiene el siguiente orden de encendido:

1. HS 55 modular encender.
2. Encender aparato AAS.
 - ✓ **Se pueden iniciar las primeras mediciones.**

5.2.3 Cambio entre modos de funcionamiento

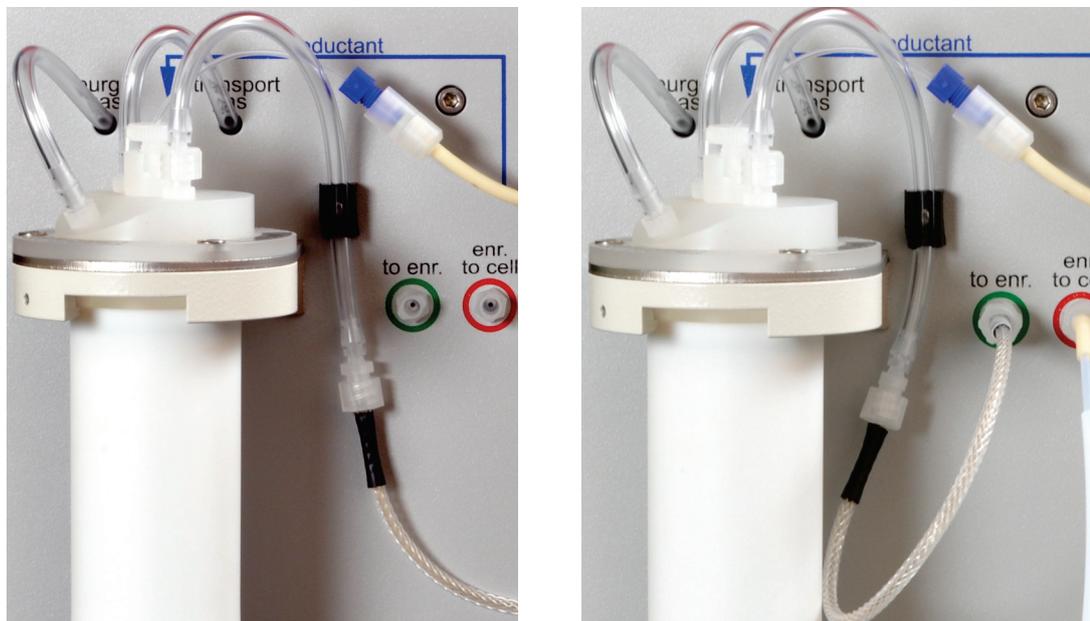
Para el cambio entre modos de funcionamiento "Hidruro" o "Hg without enrichment" y "Hg with enrichment" el usuario ha de cambiar la colocación de los tubos de la placa frontal del módulo batch.

Modos de funcionamiento "Hidruro" o "Hg without enrichment"

1. Seleccionar tubo flexible de secado: "Hy" para tecnología de hidruro o "Hg" para determinación de mercurio.
2. Conectar la manguera de la cubeta con el tubo flexible de secado a través de un acoplamiento Luer hembra.
3. Conectar el tubo flexible de manguera a través de la manguera de conexión en la salida de gas "to cell".

Modo de funcionamiento "Hg with enrichment"

1. Conectar el tubo flexible de secado "Hg" a través de la manguera de conexión con la conexión de gas "to cell" en el módulo batch y conexión "to enri." en la placa frontal.
2. Conectar la manguera de cubeta con conexión "enr. to cell" en la placa frontal.



Modo de funcionamiento „Hg without enrichment“

Modo de funcionamiento "Hg with enrichment"

Fig. 13 Colocación de los tubos en la placa frontal del módulo batch en los diferentes modos de funcionamiento

Además se tendrá que introducir la cubeta en la unidad de cubetas del aparato AAS:

- Modo de funcionamiento "Hydride"
Colocar cubeta de cuarzo y cerrar con las mirillas de cuarzo
- Modos de funcionamiento „Hg without enrichment“ y „Hg with enrichment“
Colocar cubeta Hg

5.3 Reequipar el HS 55 modular

Los módulos funcionales inyección de flujo y batch del sistema de Hidruro/Hg modular son intercambiables y el usuario puede cambiarlos. Además existe la posibilidad de reequipar el aparato con un módulo "Hg plus".

Como ayuda está el software HS Wizard. Después de iniciar el programa se pregunta primero por la configuración actual del aparato. Después se puede elegir una configuración meta. Al usuario se le guía por el reequipamiento del aparato.

5.3.1 Reequipar un módulo "Hg plus"

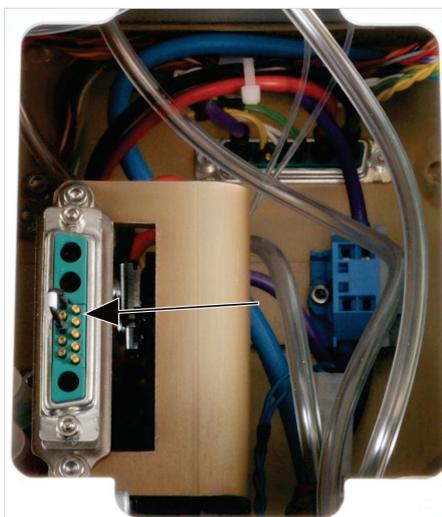


ADVERTENCIA

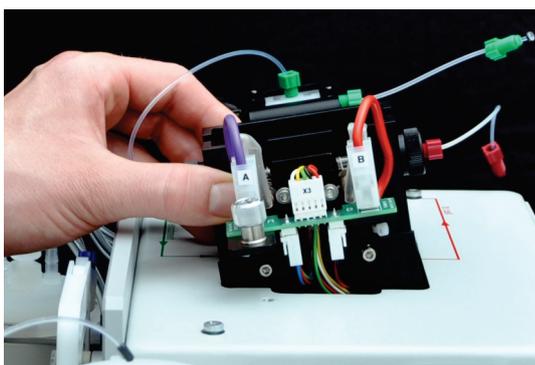
¡Tensión eléctrica peligrosa! Apagar el aparato AAS y el sistema de Hidruro/Hg cuando se va a reequipar. Desconectar el enchufe de red del sistema de Hidruro/Hg y también su conexión con el aparato AAS y hacia la unidad de cubetas.

Introducir el CD que se suministra en el PC, iniciar el software HS Wizard y seguir las instrucciones que aparecen en la pantalla.

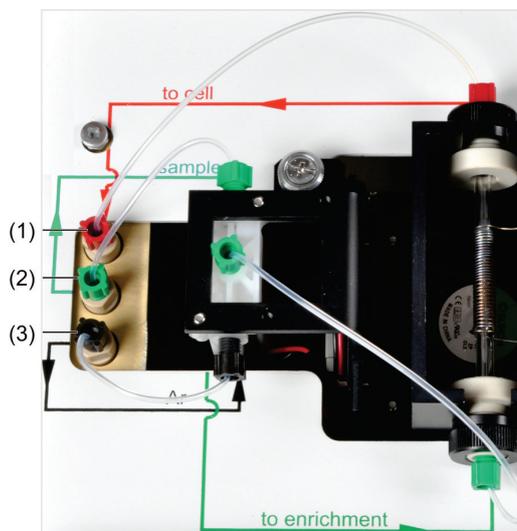
1. Elegir el espectrómetro que se utiliza.
2. Seleccionar la configuración de salida del HS 55 modular.
3. Seleccionar la configuración final del HS 55 modular con enriquecimiento.
4. Reequipar el módulo "Hg Plus":
 - Quitar la tapa roja del HS 55 modular.



- Tirar hacia arriba el conector de cortocircuito del módulo funcional.



- Ensartar el módulo "Hg plus" con las clavijas guía, orientarlo y presionar hacia abajo hasta que se haya conseguido la conexión.
- Fijar el módulo "Hg plus" con tornillos moleteados.



Establecer las conexiones de mangueras hacia el módulo funcional batch a través del marco:

- Manguera con tornillo hueco rojo en conexión trasera con flecha roja (1)
- Manguera con tornillos huecos verdes en conexión mediana con flecha verde (2)
- Manguera con tornillos huecos negros en conexión delantera con flecha negra (3)

- Colocar de nuevo la tapa roja en el módulo funcional.
 - Conectar el sistema con la corriente, con el aparato AAS y la unidad de cubetas. Conectar aparato: primero HS 55 modular, después AAS. Tras inicializar los aparatos, pinchar en el software botón [next].
5. En AAS con interfaz de serie se ha de elegir con espectrómetro un puerto COM ocupado.
- ✓ **El módulo "Hg plus" está reequipado y se puede revisar su funcionamiento.**

Test de funcionamiento del módulo "Hg plus"

1. Iniciar el software ASpect LS o ASpect CS, en la ventana seleccionar MAIN SETTINGS Technique HYDRIDE e inicializar Available accessories.
2. Cerrar la ventana Main Settings con [OK].
3. Pulsar botón [Hydride syst.].
4. En la tarjeta de registro CONTROL bajo COLLECTOR seleccionar los siguientes ajustes:
 - HEATING ON
 - ✓ **La espiral de calefacción se ilumina.**
 - Parar la calefacción con OFF.
 - COOLING ON
 - ✓ **Se detecta una corriente de aire vertical.**
 - Parar la refrigeración con OFF.
5. Cerrar ventana HYDRIDE SYST.
 - ✓ **El módulo „Hg plus“ está preparado para funcionar.**

5.3.2 Reequipar el HS 55 modular del módulo funcional batch al módulo inyección de flujo y viceversa



ADVERTENCIA

¡Tensión eléctrica peligrosa! Apagar el aparato AAS y el sistema de Hidruro/Hg cuando se va a reequipar. Desconectar el enchufe de red del sistema de Hidruro/Hg y también su conexión con el aparato AAS y hacia la unidad de cubetas.

Tras el reequipamiento, el sistema de Hidruro/Hg solo se podrá volver a poner en funcionamiento cuando el módulo funcional nuevo y el módulo básico se hayan atornillados correctamente.

Introducir el CD que se suministra en el PC, iniciar el software HS Wizard y seguir las instrucciones que aparecen en la pantalla.

1. Seleccionar el espectrómetro utilizado en el software.
2. Seleccionar la configuración de partida y la configuración final del sistema de Hidruro/Hg.
3. Quitar la tapa roja.
4. Si el sistema de Hidruro/Hg está equipado con el módulo "Hg plus", éste deberá quitarse antes del reequipamiento:
 - Destornillar las conexiones de mangueras hacia el marco.
 - Soltar los tornillos moleteados del módulo "Hg plus".
 - Sacar del módulo funcional el módulo "Hg plus" hacia arriba y con cuidado colocarlo sobre las clavijas guía. Por favor, tener en cuenta que no se doblen las mangueras u otros dispositivos.
5. Reequipar módulo funcional:
 - Sacar la manguera de aspiración de la botella de provisión y limpiar para evitar que gotee.
 - Sacar la botella de provisión de la sujeción de las botellas y colocar al lado del sistema de Hidruro/Hg.
 - Soltar la manguera de argón del racor de tubería del lado trasero.



- Soltar las uniones roscadas de la tapa del módulo funcional y quitar la tapa.



- Soltar las uniones roscadas del módulo funcional (4 tornillos).
- Sacar hacia arriba el módulo funcional del módulo básico y colocar con cuidado sobre las clavijas guía. Por favor, tener en cuenta que no se doblen las mangueras.

- Insertar el módulo funcional en el módulo básico, encajar y atornillar.
 - Conectar nuevamente la manguera de argón con el racor de tubería en la parte trasera del aparato.
 - Colocar la tapa sobre el módulo funcional y atornillar.
 - Colocar la botella de provisión en la sujeción para botellas y sumergir la manguera de aspiración hasta el tope.
6. Volver a montar el módulo "Hg plus" (si está disponible) (ver 5.3.1):
- Ensartar el módulo "Hg plus" con las clavijas guía, orientarlo y presionar hacia abajo hasta que se haya conseguido la conexión.
 - Fijar el módulo "Hg plus" con tornillos moleteados.

- Establecer las conexiones de mangueras hacia el nuevo módulo funcional a través del marco (ver capítulo 5.3.1):

Manguera con tornillo hueco rojo en conexión trasera con flecha roja

Manguera con tornillos huecos verdes en conexión mediana con flecha verde

Manguera con tornillos huecos negros en conexión delantera con flecha negra

7. Colocar de nuevo la tapa roja en el módulo funcional.
8. Conectar el sistema con la corriente, con el aparato AAS y la unidad de cubetas. Conectar aparato: primero sistema de Hidruro/Hg, después AAS. Tras inicializar los aparatos, pinchar en el software botón [next].
9. En AAS con interfaz de serie se ha de elegir con espectrómetro un puerto COM ocupado.
 - ✓ **El nuevo módulo funcional (flujo de inyección/batch) está listo para funcionar.**

5.4

Pasos de instalación técnica HydrEA



IMPORTANTE

En la técnica HydrEA no se utilizan unidades de cubetas. En su lugar se coloca en la conexión del sensor de temperatura un conector de cortocircuito.

Realice los pasos de instalación en el siguiente orden:

1. Instalar y ajustar el automuestreador (AS-GF) (según el manual de instrucciones del aparato AAS)
2. Recubrir tubo de grafito.
3. Instalar sistema de Hidruro/Hg.

5.4.1

Recubrir el tubo de grafito con iridio u oro



¡ATENCIÓN!

El recubrimiento del tubo de grafito no se puede realizar con la cánula de titanio en el automuestreador. De lo contrario, la cánula no se podrá volver a utilizar para mediciones.

Haga el recubrimiento del tubo de grafito sólo con la configuración EA del automuestreador (manguera de dosificación de MFA).



IMPORTANTE

El tubo de grafito se recubre con iridio para determinar los elementos formadores de hidruro. Para la determinación de mercurio se aplica un recubrimiento de oro.

Se recomienda pipetar y secar tres veces seguidas una solución patrón de 50 µL iridio u oro cada una, con una concentración de 1 g/L con el automuestreador o a mano en el tubo de grafito. Al atomizar la sustancia introducida permanecen en el suelo 150 µg de iridio metálico u oro. Las temperaturas al recubrir y calentar el tubo de grafito no pueden superar las 2200 °C o 1000 °C para que no se produzcan pérdidas de iridio u oro.

1. Iniciar el software ASpect LS o ASpect CS, en la ventana MAIN SETTINGS Technique GRAPHITE FURNACE y tube type seleccionar WALL, e iniciar.
2. Cerrar la ventana MAIN SETTINGS con [OK].
3. Pulsar botón [Furnace].
4. Seleccionar tarjeta de registro PLOT y poner una señal en la fila GRAPHITE TUBE COATING.
5. Establecer los parámetros para el recubrimiento.
 - Cycles = Número de pipeteos (recomendado: 3)
 - Posición = Posición para la solución patrón en el plato del cargador de muestras.
 - Vol. [μL] = por ciclo del volumen de muestras a pipetar (recomendado: 50 μL)
 - Elemento = Ir o Au

En el gráfico de la pantalla se representa el perfil fijo de temperatura y tiempo para el recubrimiento del tubo con iridio u oro.
6. Colocar el recipiente de muestras con solución patrón de iridio u oro en la posición seleccionada en el plato del cargador de muestras.
7. Iniciar el recubrimiento pulsando el botón [Start].
 - ✓ **El tubo de grafito se recubre con iridio u oro.**

Furnace programm						
Elemento	Nombre	Temp. [$^{\circ}\text{C}$]	Ramp [$^{\circ}\text{C}/\text{s}$]	Hold [s]	Gas Purge	E/P
Ir	Drying	90	5	40	Max.	
	Drying	110	1	40	Max.	
	Drying	130	1	40	Max.	
	Pyrolysis	1200	300	26	Stop	
	Atomize	2100	500	8	Stop	
	Clean	2100	0	5	Med	
Au	Drying	80	5	25	Max.	
	Drying	90	1	25	Max.	
	Drying	110	5	10	Max.	
	Pyrolysis	110	0	6	Stop	
	Atomize	950	500	5	Stop	
	Clean	950	0	5	Med	

5.4.2 Instalar HS 55 modular para el funcionamiento HydrEA

1. En el automuestreador grafito (AS-GF) aflojar la tuerca de apriete de mangueras, sacar manguera de dosificación y situar en la botella de residuos.
2. Introducir la cánula de titanio en la guía de manguera hasta la curvatura y apretar.
3. Colocar el HS 55 modular ya sea en la mesa delante del aparato AAS o a su derecha/izquierda.

4. Conectar el enchufe de cortocircuito a la conexión del sensor de temperatura de la unidad de cubetas.
5. Conectar conducto flexible doble:
 - Conector "AAS" en el enchufe "AS" del aparato AAS
 - Conector D-Sub "HS" del cable más fino a la conexión "input 5 V/24 V DC" del HS 55 modular (ver Fig. 12). Conector D-Sub "AS" se queda libre.
6. Conectar el conducto de señal al enchufe "HS" del aparato AAS y enchufe "AAS - RS232" del HS 55 modular.
7. Conectar cable de red.
8. Conectar manguera de argón con racor de tubería en el lado trasero.
9. Conectar la manguera HydrEA con la pieza de acoplamiento a la conexión "to cell" del módulo batch e insertar en la cánula de titanio del automuestreador.
10. Llenar botella de provisión con agente reductor (1,0 % NaBH_4 / 0,3 % NaOH).
11. Conectar la manguera de aspiración de agente reductor (con tornillo hueco azul) con la manguera de bombeo de la bomba de un canal y sumergir hasta el tope en la botella de provisión para agente reductor.
12. Colgar la caja de manguera al HS 55 modular y ajustar la palanca de trinquete.
 - ✓ **Así el HS 55 modular queda instalado en el aparato AAS y está preparado para la técnica HydrEA.**

5.4.3 Ajustar el automuestreador grafito con cánula de titanio

1. Iniciar el software ASpect LS o ASpect CS, en la ventana seleccionar MAIN SETTINGS Technique HYDREA e inicializar Available accessories.
2. Cerrar la ventana MAIN SETTINGS con [OK].
3. Pulsar botón [Autosampler]. Seleccionar tarjeta de registro PARÁMETROS TÉCNICOS y pulsar el botón [Alinee autosampler to furnace].

El software le va guiando paso a paso en el ajuste en dirección x,y, y en el descenso de la cánula de titanio.
4. Colocar la pieza auxiliar de ajuste:
 - novAA 400 P / contrAA 700 / contrAA 600: Insertar la pieza auxiliar de ajuste con retícula en el orificio de pipeteo.
 - ZEEnit 700 P / ZEEnit 650 P: Quitar la ventana izquierda del horno, quitar el tubo de grafito del horno. Insertar la pieza auxiliar de ajuste con la perforación desde la izquierda en la camisa del horno.
5. Seguir las indicaciones del software:
 - Ajustar en dirección Y (profundidad del compartimento de muestras) girando el tornillo de ajuste y luego asegurarlo con la contratuerca.
 - Alinear primero en dirección X (en paralelo al eje óptico) con ayuda de las teclas de flecha en la pantalla de ajuste. Realizar el ajuste fino girando los tornillos de ajuste laterales contra los topes del compartimento de muestras.

- Realizar el ajuste de tal modo que la cánula de titanio esté a ras del borde superior de la pieza auxiliar.

Número máximo de pasos: Horno Zeeman – 682 pasos, novAA/contrAA – 566 pasos

6. Guardar en el software cuando se haya realizado el ajuste óptimo del número de pasos en dirección x y la profundidad pulsando el botón [Next]. La pipeta vuelve a la posición de partida.
7. Retirar la pieza auxiliar. Preparar el tubo de grafito:
 - novAA 400 P / contrAA 700 / contraAA 600: Insertar el embudo de grafito en el orificio de pipeteo.
 - ZEEnit 650 P / ZEEnit 700 P: insertar la ventana izquierda del horno, insertar el tubo de grafito estándar o el tubo de grafito recubierto, cerrar el horno Zeeman.
8. Ajustar la profundidad de inyección de la muestra en el tubo de grafito:
 - Colocar la cánula de titanio sobre el fondo del tubo, comprobar la posición de la cánula con ayuda de la videocámara del horno o el espejo de observación.



ADVERTENCIA

¡En ningún caso utilizar el espejo de observación en el contrAA! Las radiaciones UV dañan los ojos.

- Fijar la cánula con la tuerca de sujeción.

9. Ajustar la profundidad de inyección por encima del fondo del tubo (~ 0,5 mm). Guardar la profundidad de inmersión con el botón [Finish].

- ✓ **El automuestreador está ajustada y, por tanto, preparada para mediciones.**

Secuencia de encendido

El circuito impreso de control "Hidruro" del aparato AAS se alimenta con una tensión de servicio de + 5 V/+ 24 V. El módulo básico es el que tiene tensión de red. Durante el encendido se controla la frecuencia de red.

De ahí se obtiene el siguiente orden de encendido:

1. HS 55 modular encender.
2. Encender aparato AAS.

- ✓ **Automuestreador, HS 55 modular y el aparato AAS están listos para funcionar.**

5.4.4 Limpiar tubo de grafito recubierto



IMPORTANTE

El tubo de grafito con recubrimiento de iridio u oro se puede limpiar en la técnica HydrEA mediante calentamiento. El recubrimiento de iridio se volatizaría a temperaturas superiores a 2200 °C, el recubrimiento de oro a más de 1000 °C. No se deberán sobrepasar estas temperaturas.

3. Iniciar el software ASpect LS o ASpect CS, en la ventana seleccionar MAIN SETTINGS Technique HYDREA e inicializar Available accessories. Cerrar la ventana con [OK].
4. Pulsar botón [Furnace]. Seleccionar la tarjeta de registro CONTROL y en la zona CLEAN FURNACE insertar los parámetros para la limpieza del tubo de grafito:
 - Temp. [°C] = 2200 (para Ir) o 1000 (para Au)
 - Ramp [°C/s] = 500 (= Incremento de temperatura)
 - Hold [s] = 10
5. Iniciar el calentamiento del tubo de grafito pulsando en el botón [Start].
 - ✓ **El tubo de grafito se limpia mediante un calentamiento corto. Este proceso se puede repetir varias veces.**

5.4.5 Evaporar la capa de iridio u oro del tubo de grafito



IMPORTANTE

El tubo de grafito libre de recubrimiento de metal se puede utilizar como tubo de grafito estándar en la analítica de soluciones o utilizarlo nuevamente para la técnica HydrEA.

Antes de poner una nueva capa de iridio u oro en el tubo de grafito deberá evaporarse la capa usada con una temperatura de calentamiento de ≥ 2500 °C o ≥ 1800 °C.

1. Iniciar el software ASpect LS o ASpect CS, en la ventana seleccionar MAIN SETTINGS Technique HYDREA e inicializar. Cerrar la ventana con [OK].
2. Pulsar botón [Furnace]. Seleccionar la tarjeta de registro CONTROL y en la zona CLEAN FURNACE insertar los parámetros para la limpieza del tubo de grafito:
 - Temp. [°C] = 2500 (Ir) o 1800 (Au)
 - Ramp [°C/s] = 500 (= Incremento de temperatura)
 - Hold [s] = 10
3. Iniciar la evaporación de la capa de metal pulsando en el botón [Start].
 - ✓ **Mediante calentamiento se libera al tubo de grafito de la capa de metal.**

6 Mantenimiento y cuidado

6.1 Indicaciones de seguridad

El usuario no debe efectuar otras tareas de mantenimiento y reparación que las que se mencionan en este capítulo.

Las reparaciones en el aparato sólo las puede realizar el servicio técnico de Analytik Jena u otras personas autorizadas por ellos.

Tenga en cuenta durante la realización de los trabajos de mantenimiento las indicaciones de seguridad contenidas en el capítulo 3 "Indicaciones de seguridad".

Para garantizar un funcionamiento continuo y seguro, el servicio técnico de Analytik Jena debería comprobar el HS 55 modular en un ciclo anual.

Utilice solamente piezas de repuesto de Analytik Jena. Las piezas de laboratorio requeridas en el trabajo de rutina, se pueden adquirir a través de Analytik Jena.

6.2 Tareas de mantenimiento diario

Trabajos para la puesta en marcha diaria

1. Colgar la caja de manguera en la bomba de un canal.
 2. Crear presión en las mangueras de bombeo ajustando la palanca de trinquete.
 3. Cargar el sistema con agente reductor:
 - Iniciar el software ASpect LS o ASpect CS, en la ventana seleccionar MAIN SETTINGS Technique HYDRIDE e inicializar Available accessories. Cerrar la ventana con [OK].
 - Pulsar botón [Hydride syst.]. Seleccionar tarjeta de registro CONTROL y poner una señal en la fila COMPONENTS PUMP.
 - Arrancar la bomba y dejar funcionar hasta que gotee agente reductor al recipiente de reacción colocado debajo de la punta de dosificación.
- ✓ **El aparato está listo para funcionar.**

Trabajos a realizar antes del apagado diario

1. Enjuagar la manguera con agente reductor con agua destilada o una solución ácida suave.
 2. Bombear la manguera para vaciarla.
 3. Relajar la manguera de bombeo soltando la caja de manguera en la bomba de un canal.
 4. Conservar la solución de agente reductor en el frigorífico.
- ✓ **Se puede apagar el aparato.**

6.3 Cambio de fusibles



ADVERTENCIA

En el interior del HS 55 modular hay piezas que transmiten tensión de red. Antes de los trabajos de mantenimiento apagar el HS 55 modular y sacar el enchufe de la toma.

Los fusibles de entrada se encuentran en el lado derecho del módulo básico y están etiquetados. El usuario puede cambiarlos.

Número de fusible	Tipo de fusible para tensión de red de 230 V	Tipo de fusible para tensión de red de 110 V
F1	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H
F2	T3, 15 A/H	T6, 3 A/H

6.4 Mantenimiento de mangueras de agente reductor



IMPORTANTE

Haga una revisión visual regular de la manguera de bombeo y dosificación para el agente reductor para ver si está desgastada o ha cambiado la forma. Las mangueras no solo se han de cambiar si están muy gastadas, sino que también cuando se cambie el agente reductor (NaBH_4 / SnCl_2).



PRECAUCIÓN: ¡Peligro de corrosión!

La solución de agente reductor es corrosiva. Antes de cambiar lavar la manguera y bombear hasta que esté vacía.

Renovar un set completo de mangueras

Si el desgaste es más severo o hay contaminación se deberá cambiar el set de mangueras completo para el agente reductor (manguera de aspiración, manguera de bombeo, manguera de dosificación).

1. Soltar el tornillo de tope en el módulo batch y sacar la manguera de dosificación (MFA).
2. Sacar la caja de manguera y sacar la manguera de bombeo.
3. Introducir la nueva manguera de bombeo en la caja. ¡Tener en cuenta la dirección de bombeo!
4. Volver a colgar la cinta de manguera y apretar.
5. Introducir la manguera de dosificación (MFA) nueva en el módulo batch. Apretar el tornillo de tope.



IMPORTANTE

El final de la manguera ha de estar aprox. 10 mm sobre la punta de la pipeta.

6. Insertar la manguera de aspiración hasta el tope en la botella de provisión.
 - ✓ **El nuevo set de mangueras está listo para funcionar.**

6.5 Cambiar el tubo flexible de secado

Los tubos flexibles de secado pueden funcionar mientras que la superficie no se haya ensuciado con partículas o condensado. Cambie siempre los tubos flexibles de secado que estén sucios.

1. Soltar el tubo flexible de secado de la parte de la manguera en la salida "to cell" del módulo batch y de la manguera de la cubeta o de la entrada "to enr." en la placa frontal.
2. Conectar el tubo flexible de secado nuevo con la parte de la manguera en la salida "to cell" del módulo batch y la manguera de la cubeta.

En el modo de funcionamiento "Hg con enriquecimiento" atornillar la segunda terminación de la manguera con un tornillo hueco en la conexión "to enr." en la placa frontal.

- ✓ **El tubo flexible de secado nuevo está listo para funcionar.**

6.6 Revisar y cambiar la junta de brida en el módulo batch

El anillo obturador en la brida puede perder su elasticidad e impermeabilidad pasadas muchas horas de funcionamiento y se tendrá que cambiar.

1. Quitar el recipiente reactor con un giro de la brida.
2. Revisión óptica del anillo obturador de la brida, quitar el anillo obturador desgastado y cambiarlo por uno nuevo.
3. Colocar el recipiente reactor sobre la brida y mediante un giro bloquearlo.

- ✓ **Se ha renovado la junta de brida.**

6.7 Cambiar colector de oro

Se deberá cambiar el colector de oro si no se alcanza la sensibilidad esperada con la determinación Hg con enriquecimiento, los picos de absorción están muy expandidos y con poca reproducibilidad.

También se recomienda cambiarlo cuando el colector de oro no calienta al completo. Eso es el caso cuando hay grandes diferencias de concentración y el nivel de señal nuevo no se ajusta al momento sino solo después de numerosas mediciones.



PRECAUCIÓN

Peligro de quemaduras en el colector caliente. Dejar enfriar el colector de oro con espiral de calefacción.

1. Desatornillar las mangueras MFA del colector de oro.
2. Quitar los contactos de los enchufes de las espirales de calefacción (4 y 6, Fig. 14) de la placa conductora.
3. Aflojar las uniones roscadas del colector de oro en el pozo, sacar el colector de oro con espiral de calefacción y sacar las uniones roscadas.

4. Introducir el colector de oro nuevo en las uniones roscadas.
5. Introducir el colector de oro en el pozo y al mismo tiempo meter los casquillos de aislamiento en el alambre de calefacción (2, Fig. 14) en la ranura.
6. Mover el colector de oro hasta el tope y atornillar.
7. Introducir la espiral de calefacción nueva con los contactos eléctricos en la placa conductora.
8. Fijar las mangueras MFA con tornillos huecos en las uniones roscadas del colector.

✓ **El colector de oro nuevo está listo para funcionar.**

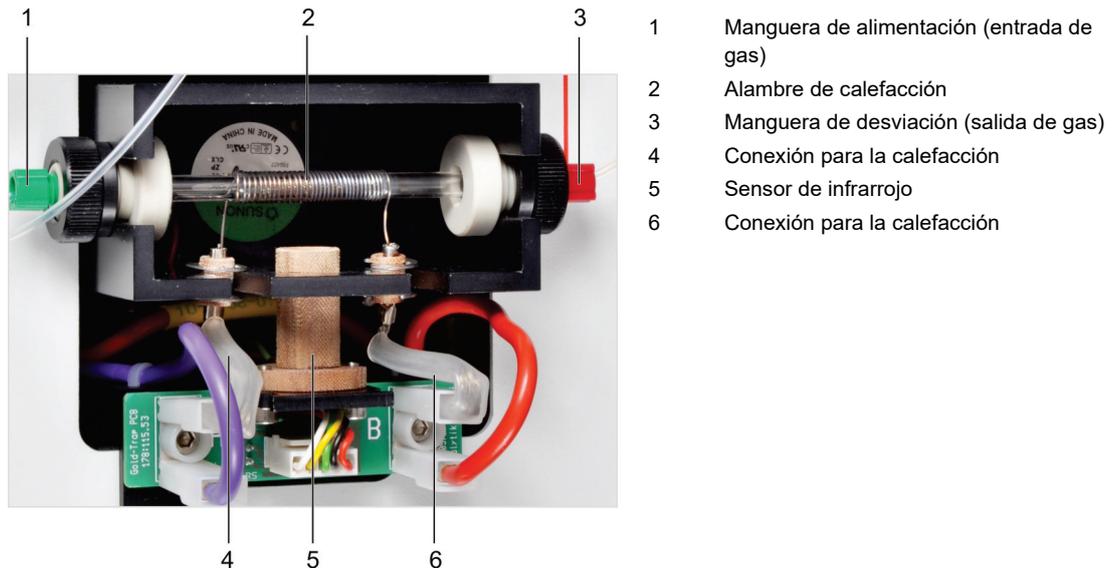


Fig. 14 Conexiones del colector de oro

6.8

Limpiar mirilla de la cubeta y cubetas



PRECAUCIÓN

Peligro de quemaduras. Dejar enfriar la unidad de cubetas antes de quitar la mirilla de la cubeta y la cubeta.

La temperatura actual de las cubetas se muestra en la ventana SISTEMA DE HIDRURO, tarjeta de registro CONTROL.

Pasos a dar al limpiar la mirilla de la cubeta



ATENCIÓN

Cuidado con las impurezas en la mirilla de las cubetas. Las huellas dactilares se quedan grabadas. No tocar las mirillas de las cubetas. ¡Llevar guantes de goma!

1. Presionar hacia atrás el muelle de hojas y quitar la mirilla de la cubeta con un dispositivo de sujeción.
2. Limpiar la mirilla de la cubeta con ácido clorhídrico diluido.
3. Enjuagar posteriormente la mirilla de la cubeta con agua destilada y dejar secar.

✓ **Las mirillas de las cubetas están limpias.**

Pasos a dar al limpiar la cubeta



ADVERTENCIA

Ácido fluorhídrico es muy corrosivo y venenoso. Trabajar debajo de la campana de extracción. Llevar equipo de protección (guantes de goma, delantal de goma y máscara facial).

1. Desbloquear y abrir la unidad de cubetas.
 2. Sacar la cubeta y quitar las mangueras.
 3. Limpiar la cubeta entre 5 y 10 minutos en ácido fluorhídrico de 40% frío.
 4. Quitar bajo un chorro de agua la película que se haya desprendido del interior de la manguera dándole fuerte con un cepillo circular apropiado.
 5. Enjuagar la cubeta con agua destilada y dejar secar.
-



ADVERTENCIA

Revisar que las caras finales de la cubeta están en perfecto estado. Peligro de formación de mezcla de oxígeno e hidrógeno. Cambiar las cubetas dañadas y no seguir utilizándolas.

6. Insertar las cubetas en la envoltura de calefacción y cerrar la unidad de cubetas.
7. Colocar las mirillas de las cubetas en ambos lados con dispositivo de sujeción y fijarlas con un muelle de hojas. Controlar que se coloca correctamente la mirilla de la cubeta en la cubeta.
 - ✓ **La cubeta limpia se puede volver a utilizar.**

7 Materiales auxiliares y de trabajo



ADVERTENCIA

Al tratar con materiales auxiliares y de trabajo es necesario llevar, por regla general, unas gafas y guantes de protección. Observar las indicaciones de las etiquetas.

El borohidruro de sodio (NaBH_4) y el hidróxido de sodio son muy corrosivos, higroscópicos y, en solución, extremadamente agresivos. Ácido clorhídrico concentrado (HCl , 37 %) es altamente corrosivo. La solución estándar para arsénico (1 g/L) origina fuerte irritación cutánea y de ojos. Es cancerígena. Al tratar y eliminar estas sustancias peligrosas se ha de actuar con mucho cuidado.

Para el funcionamiento del HS 55 modular se necesitan de los siguientes materiales auxiliares y de trabajo:

Material auxiliar o de trabajo	Fabricación
Agente reductor	
Solución 1: 3 % NaBH_4 + 1 % NaOH (Solución patrón)	7,5 g NaBH_4 y 2,5 g NaOH (plaquita) en 250 mL dest. solución de agua (baño de ultrasonido). Solución 1 se puede mantener de 5 - 6 semanas en la nevera.
Solución 2: 1,0 % NaBH_4 + 0,3 % NaOH (lista para ser utilizada)	100 mL de la solución 1 se rellenan con agua destilada hasta 300 mL. Solución 2 se puede mantener de 1 - 2 semanas en la nevera.
Calibración arsénico	
Solución reductora: 5 % KI + 5 % ácido ascórbico La solución sirve para la reducción de $\text{As}(+V)$ a $\text{As}(+III)$	2,5 g yoduro de potasio y 2,5 g ácido ascórbico en un recipiente limpio y que se puede cerrar, pesarlo y llenarlo con agua destilada hasta 50 mL. La solución se puede conservar varios días en el frigorífico. Por favor, no deberá volver a utilizarse cuando tenga un ligero color marrón.
Soluciones estándares de arsénico para la técnica de hidruro: 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 $\mu\text{g/L As}$	Fabricación de estándares a través de una serie de dilución Ejemplo estándar 10 $\mu\text{g/L As}$ Solución 1: 1 g/L As (solución comercial) Solución 2: 1 mg/L As 100 μL de solución 1 se mezcla con 7 mL HCl 37 % (p.a.) y se rellena con agua destilada hasta los 100 mL.
Otros estándares: 2,0 $\mu\text{g/L}$ 200 μL solución 2 4,0 $\mu\text{g/L}$ 400 μL solución 2 6,0 $\mu\text{g/L}$ 600 μL solución 2 8,0 $\mu\text{g/L}$ 800 μL solución 2 (Fabricación ver solución 3)	Solución 3: 10 $\mu\text{g/L As}$ 1 mL de solución 2 se mezcla con 7 mL HCl 37 % (p.A.) y 1 mL de solución reductora. Tras esperar 45 min se rellena a 100 mL con agua destilada. Solución 3 prepararla todos los días fresca.

Material auxiliar o de trabajo	Fabricación
<p>Soluciones estándares de arsénico para la técnica HydrEA: 0 / 0,2 / 0,4 / 0,6 / 0,8 / 1,0 µg/L As</p> <p>Otros estándares: 0,2 µg/L 200 µL solución 3 0,4 µg/L 400 µL solución 3 0,6 µg/L 600 µL solución 3 0,8 µg/L 800 µL solución 3 (Fabricación ver solución 4)</p>	<p>Fabricación de estándares a través de una serie de dilución</p> <p>Ejemplo estándar 1 µg/L As Solución 1: 1 g/L As (solución estándar comercial)</p> <p>Solución 2: 10 mg/L As 1 mL de solución 1 se mezcla con 7 mL HCl 37 % (p.a.) y se rellena con agua destilada hasta los 100 mL.</p> <p>Solución 3: 100 µg/L As 1 mL de solución 2 se mezcla con 7 mL HCl 37 % (p.a.) y se rellena con agua destilada hasta los 100 mL. Solución 3 se puede conservar de 4 -5 días.</p> <p>Solución 4: 1,0 µg/L As (lista para ser utilizada) 1 mL de solución 3 se mezcla con 7 mL HCl 37 % (p.A.) y 1 mL de solución reductora. Tras esperar 45 min se rellena a 100 mL con agua destilada. Solución 4 prepararla todos los días fresca.</p>

8 Transporte y almacenamiento

8.1 Transporte

Observe las siguientes indicaciones durante el transporte:

- Antes del transporte se tendrá que desconectar el HS 55 modular. Desconectar el enchufe de red del sistema de Hidruro/Hg y también su conexión con el aparato AAS y con las cubetas.
- Apague el suministro de gas y suelte la manguera de argón de la parte trasera del aparato.
- ¡Existe peligro de lesión por piezas no aseguradas apropiadamente! Durante el transporte deberán fijarse los componentes del aparato.
- Transportar el analizador únicamente dentro del embalaje original. Compruebe que todos los módulos están atornillados o desmontados y que el aparato está completamente vacío. Enjuague bien la manguera de bombeo y dosificación para que no pueda gotear solución reductora. La solución es agresiva y ataca la vestimenta.
- Para evitar daños contra la salud, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y cargar) el analizador en el laboratorio:
 - El sistema de Hidruro/Hg tiene un peso de aprox. 14 kg. Como el aparato no dispone de asas de transporte, debe sujetarlo firmemente con ambas manos de la placa que va de un extremo a otro del módulo básico.
 - Es necesario observar y atenerse a los valores indicativos y valores límite prescritos por la ley para el levantamiento y transporte de cargas sin medios auxiliares.

8.2 Almacenamiento



ATENCIÓN

Las influencias medioambientales y la formación de agua de condensación puede provocar que se destruyan algunos componentes del HS 55 modular.

Solo es posible el almacenamiento del HS 55 modular en lugares climatizados. El ambiente prácticamente no debe contener polvo y debe estar libre de vapores corrosivos.

Si el HS 55 modular no es emplazado inmediatamente después del suministro o si no es utilizado por un tiempo prolongado, es aconsejable almacenarlo dentro de su embalaje original. Es necesario incluir un agente secante apropiado en el embalaje y/o en el equipo para evitar daños por humedad.

Para el almacenamiento se han de cumplir las siguientes condiciones:

- Rango de temperaturas: -40 °C a +50 °C según DIN 58390-2
- Humedad del aire (máx.): máx. 90 % a +30 °C

9 Solución de errores

Con la técnica de hidruro y Hg de vapor frío se puede generar una fuerte espuma en la muestra. En ese caso deberán añadirse algunas gotas de antiespumante: Dow-Corning DB 110A, antiespumante de silicona u octanol.

En el caso de muestras desconocidas se deberá probar la formación de espuma. Si la espuma arrastra hasta la cubeta de cuarzo deberá de pararse inmediatamente el proceso de medición.

10 Eliminación de residuos

Al fin de su vida útil, el HS 55 modular y sus componentes electrónicos debe ser eliminado como chatarra electrónica según las disposiciones vigentes.