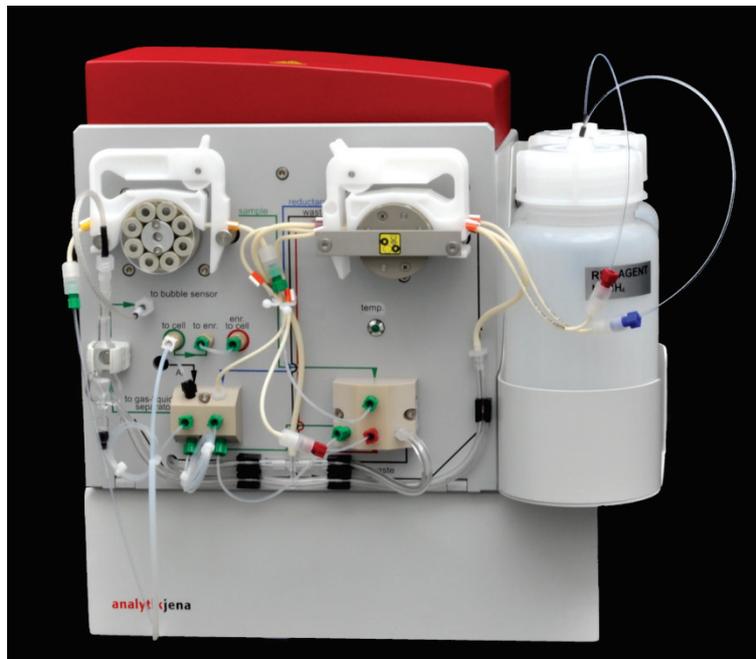


Bedienungsanleitung

HS 60 modular

Hg/Hydrid-System Fließinjektion

HydrEA-System Fließinjektion



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 10-1700-013-23

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 60 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/Hydrid-Systeme	16
4.2	Grundsätzlicher Systemaufbau	19
4.3	Aufbau des Hg/Hydrid-Systems HS 60 modular	20
4.3.1	Schlauchpumpen	20
4.3.2	Die 2er-Ventilgruppe	21
4.3.3	Reaktor	21
4.3.4	Gas-Flüssigkeits-Separator	22
4.3.5	Schlauchmembran-Trockner	22
4.3.6	Bubble-Sensor mit Umschaltventil	23
4.3.7	4er-Ventilgruppe zur Gassteuerung	23
4.3.8	Modul „Hg Plus“	23
4.4	Messabläufe	24
4.4.1	Fließinjektionsbetrieb ohne Anreicherung und FBR	24
4.4.2	Fließinjektionsbetrieb ohne Anreicherung mit FBR (Fast Baseline Return)	25
4.4.3	Fließinjektionsbetrieb mit Anreicherung	26
4.4.4	Systemspülung	28

5	Inbetriebnahme	29
5.1	Aufstell- und Transportbedingungen	29
5.2	Installationsschritte Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik.....	29
5.2.1	Küvetteneinheit auf Brennerhals installieren	29
5.2.2	Das HS 60 modular mit Probengeber am AAS-Gerät installieren.....	32
5.2.3	Wechsel zwischen den Betriebsarten	34
5.3	Umrüsten des HS 60 modular	35
5.3.1	Nachrüsten des Moduls „Hg Plus“	35
5.3.2	Umrüsten des HS 60 modular vom Funktionsmodul Fließinjektion auf das Modul Batch und umgekehrt	37
5.4	Installationsschritte HydrEA-Technik.....	39
5.4.1	Graphitrohr mit Iridium oder Gold beschichten.....	39
5.4.2	HS 60 modular für HydrEA-Betrieb installieren	41
5.4.3	Probengeber Graphit mit Titankanüle justieren.....	42
5.4.4	Beschichtetes Graphitrohr reinigen	43
5.4.5	Iridium- bzw. Goldschicht im Graphitrohr abdampfen	44
6	Wartung und Pflege	45
6.1	Sicherheitshinweise	45
6.2	Tägliche Wartungsarbeiten.....	45
6.3	Sicherungswechsel.....	46
6.4	Pumpschläuche prüfen und wechseln.....	47
6.5	Schlauch-Membrantrockner austauschen	48
6.6	Schlauchweg erneuern	49
6.7	Gas-Flüssigkeits-Separator reinigen bzw. austauschen	49
6.7.1	Reaktor reinigen bzw. austauschen	51
6.8	Goldkollektor austauschen	52
6.9	Küvettenfenster und Küvetten reinigen	53
7	Hilfs- und Betriebsstoffe	55
8	Transport und Lagerung	57
8.1	Transport	57
8.2	Lagerung.....	57
9	Störungsbeseitigung	58
10	Entsorgung	58

Abbildungen

Bild 1	HS 60 modular mit AAS novAA 400 P	17
Bild 2	HS 60 modular (Vorderansicht).....	18
Bild 3	Funktionsschema des HS 60 modular	19
Bild 4	Schlauchpumpen.....	20
Bild 5	2er-Ventilgruppe	21
Bild 6	Reaktor	21
Bild 7	Gas-Flüssigkeits-Separator	22
Bild 8	Goldkollektor.....	24
Bild 9	Betrieb ohne Anreicherung und ohne FBR.....	25
Bild 10	Betrieb ohne Anreicherung mit FBR.....	26
Bild 11	Betrieb mit Anreicherung	27
Bild 12	Systemspülung	28
Bild 13	Sicherungsstift an der Ofenplatte am ZEE nit 650 P	30
Bild 14	Aufnahme und Küvetteneinheit für Hg/Hydrid-System am ZEE nit 650 P	30
Bild 15	Küvetteneinheit mit Quarzküvette	31
Bild 16	Küvetten für die Hydrid- und Hg-Kaltdampftechnik	31
Bild 17	HS 60 modular mit novAA 400 P und Probengeber.....	32
Bild 18	Hg/Hydrid-System HS 60 modular – Anschlüsse auf der rechten Seite	33
Bild 19	Verschlauchung an der Frontplatte in den verschiedenen Betriebsarten	35
Bild 20	Schlauchpumpen.....	46
Bild 21	2er-Ventilgruppe	47
Bild 22	Schlauch-Membrantrockner	48
Bild 23	Gas-Flüssigkeits-Separator	50
Bild 24	Reaktor mit Anschlüssen.....	51
Bild 25	Anschlüsse am Goldkollektor	53

1 Grundlegende Informationen

1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

Das HS 60 modular ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.

Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des HS 60 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 60 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 60 modular die Sicherheitshinweise nicht beachtet, gilt dies als Abweichung von der bestimmungsgemäßen Verwendung. Sicherheitshinweise finden sich am Gerät selbst, im Abschnitt „Sicherheitshinweise“ S. 8 und bei der Beschreibung der jeweiligen Arbeitsschritte.

2 Technische Daten

Technische Daten	
Bezeichnung/Typ	HS 60 modular
Techniken (abhängig von der installierten Konfiguration)	Hydridtechnik Hg-Kaltdampftechnik ohne Anreicherung Hg-Kaltdampftechnik mit Anreicherung HydrEA-Technik
Betriebsarten	Fließinjektion mit Probengeber/ohne Probengeber FBR-Verfahren (Fast Baseline Return) für Hg-Bestimmung ohne Anreicherung (= Nach Erreichen des Signalmaximums wird Hg-Küvette mit höherem Gasfluss freigespült.)
bestimmbare Elemente	As, Bi, Hg, Sb, Se, Sn, Te
Abmessungen (B × H × T)	360 × 370 × 240 mm
Masse	ca. 14 kg
Reagenzien	
Reduktionsmittel (RM)	Natriumborhydrid NaBH ₄ mit Natriumhydroxid NaOH im Verhältnis 3:1 Richtwert für Konzentration: 0,3 % NaBH ₄ + 0,1 % NaOH Zinn(II)-chlorid SnCl ₂ als Alternative für die Hg-Bestimmung
Säure (S)	Salzsäure HCl
Hauptfunktionsgruppen	
1-Kanal-Schlauchpumpe für Proben-transport	Bestückung: Ismaprene-Schlauch ID = 1,42 mm; Stopper: gelb Pumpgeschwindigkeit: 4 Stufen Fördermenge: einstellbar von 4–11 mL/min
3-Kanal-Schlauchpumpe für Komponenten	Mitte: Abpumpschlauch Abfall Ismaprene-Schlauch ID = 2,06 mm; Stopper: violett Hinten: Reduktionsmittel Ismaprene-Schlauch ID=0,89 mm; Stopper: orange Vorn: Säure Ismaprene-Schlauch ID=0,89 mm, Stopper: orange Pumpgeschwindigkeit: an Probenpumpe angepasst Fördermenge: einstellbar von 1–7 mL/min
Reaktionseinheit	Reaktor aus PEEK mit 120° Einfallswinkel zwischen Probe/Säure und Reduktionsmittel sowie Reaktionsprodukten und Argonstrom und 0,75 m Schlauchschleife
Modul „Hg Plus“	Goldkollektor: 0,5 g Gold-Platin-Legierung AuPt 10 als feinmaschiges Netz Ausheiztemperatur: 630 °C geregelt Kühlung: Axiallüfter

Technische Daten	
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: FBR-Gasfluss F2: 20 L/h, Transport- und Spülgas: F3: 6 L/h; F4: 25 L/h; F3+F4: 31 L/h
Operationszeiten F.I.-Betrieb	Ladezeit Probe: Zeit, in der die Probenpumpe den Ansaugschlauch bis zur 2er-Ventilgruppe mit Probe füllt. Reaktionszeit: Zeit, in der die Probenpumpe Probe zum Reaktor pumpt. AZ-Wartezeit: Wartezeit unmittelbar vor dem Nullabgleich Spülzeit 1, 2, 3: Zeiten für den Transport des Reaktionsgases mit dem Argonstrom auf unterschiedlichen Gaswegen Heizzeit Kollektor: Zeit, in der die Heizung des Goldkollektors eingeschaltet ist. Kühlzeit Kollektor: Zeit, in der der Lüfter des Goldkollektors eingeschaltet ist.
Elektrische Kenngrößen	
Spannungsversorgung	je nach Basis-Modul: 220-230 V oder 100-110 V
Frequenz	50/60 Hz
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
Überspannungskategorie	II nach DIN EN 61010-1
Verschmutzungskategorie	2 nach DIN EN 61010-1
Schutzklasse	I
Schutzart	IP 20
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 60 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 60 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 60 modular

Am HS 60 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 60 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.



Warnung vor Quetschgefahr

3.5 Technischer Zustand

Das HS 60 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 60 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 60 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 60 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 gründlich die Pump- und Dosierschläuche, damit keine Reduktionsmittellösung oder Säure abtropfen kann. Die Lösungen sind aggressiv und greifen 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 60 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. nach jeder 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 60 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 60 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 60 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 der Netzstecker aus der Netzsteckdose 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 60 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 60 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 60 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. Die Restflüssigkeit vom Hg/Hydrid-System und dem Probengeber ist in der zum Lieferumfang des AAS-Gerätes gehörenden resistenten 10-L-Flasche zu sammeln. Für die Entsorgung der Reststoffe sind die jeweils zutreffenden Vorschriften genau zu beachten.
- Bei Messungen an cyanidhaltigem Material ist sicherzustellen, dass in der Abfallflasche keine Cyanwasserstoffsäure (Blausäure) entstehen kann.
- 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:

- 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. 45 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 Funktionsmodule (Batch/Fließinjektion) darf das Hg/Hybrid-System erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn das neue Funktionsmodul und der 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 Fließinjektionsgerät.

- | | |
|----------------|---|
| 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/Hydrid-System HS 60 modular

Das HS 60 modular besteht aus dem Basis-Modul, dem Funktionsmodul Fließinjektion 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 60 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
- Vorgängergeräte mit RS 232-Schnittstelle



Bild 1 HS 60 modular mit AAS novAA 400 P

An der Frontplatte des Funktionsmoduls Fließinjektion befinden sich folgende Baugruppen:

- 1-Kanal-Schlauchpumpe für den Proben transport
- 3-Kanal-Schlauchpumpe für den Transport von Abfall, Reduktionsmittel und Säure
- 2er-Ventilgruppe zum Umschalten von Säure auf Probe
- Reaktor mit Reaktionsschlaufe
- Gas-Flüssigkeits-Separator zur Trennung der gasförmigen Reaktionsprodukte von der Restflüssigkeit

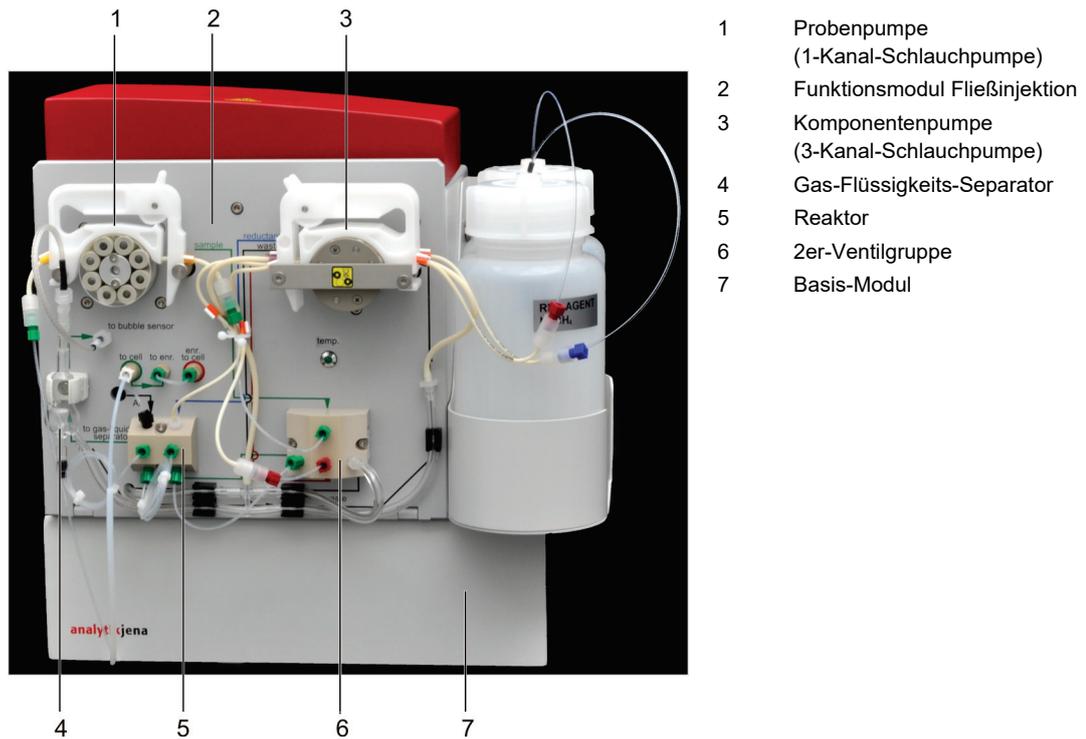


Bild 2 HS 60 modular (Vorderansicht)

Alle wichtigen Baugruppen sowie die Pump- und Verbindungsschläuche sind an der Frontplatte des Funktionsmoduls angebracht. Die Schläuche sind gut zugänglich und können vom Anwender ausgetauscht werden. Die farbige Linienführung auf der Frontplatte kennzeichnet die Verschlauchung und erleichtert dadurch die Wartungsarbeiten.

Rechtsseitig am Gerät stehen die Vorratsflaschen für das Reduktionsmittel und die Säure in einer Halterung. Hier befinden sich auch die elektrischen Anschlüsse.

Im Inneren des Funktionsmoduls sind angeordnet:

- Bubble-Sensor mit Umschaltventil zur Überwachung des Reaktionsgases auf Feuchtigkeit
- 4er-Ventilgruppe zur Gasversorgung

Das Modul „Hg Plus“ ist von oben in das Funktionsmodul Fließinjektion 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 60 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 Probenlösung wird von einer 1-Kanal-Schlauchpumpe angesaugt, die 3-Kanal-Schlauchpumpe fördert Säure und Reduktionsmittel. Eine 2er-Ventilgruppe schaltet wahlweise Probe oder Säure auf den Reaktor und jeweils die andere Komponente auf Abfall. Im Reaktor treffen Probe und Reduktionsmittel aufeinander, die Probe wird reduziert und gasförmiges Metallhydrid oder atomarer Hg-Dampf freigesetzt. Außerdem wird Wasserstoff frei. Die gasförmigen Reaktionsprodukte werden vom Argonstrom erfasst und zum Gas-Flüssigkeits-Separator transportiert. Hier werden die Gasphase (Metallhydrid oder Hg-Dampf, Argon und Wasserstoff) und die Flüssigphase voneinander getrennt. Die Restflüssigkeit wird von der 3-Kanal-Schlauchpumpe abgepumpt.

Das separierte Gas wird entweder direkt in die Quarzküvette geleitet und in Absorption gemessen oder zur Hg-Anreicherung über einen Goldkollektor geführt. Das angereicherte Quecksilber wird beim Ausheizen des Goldkollektors freigesetzt und durch einen von der 4er-Ventilgruppe direkt zugeschalteten Argonstrom zur Küvette transportiert.

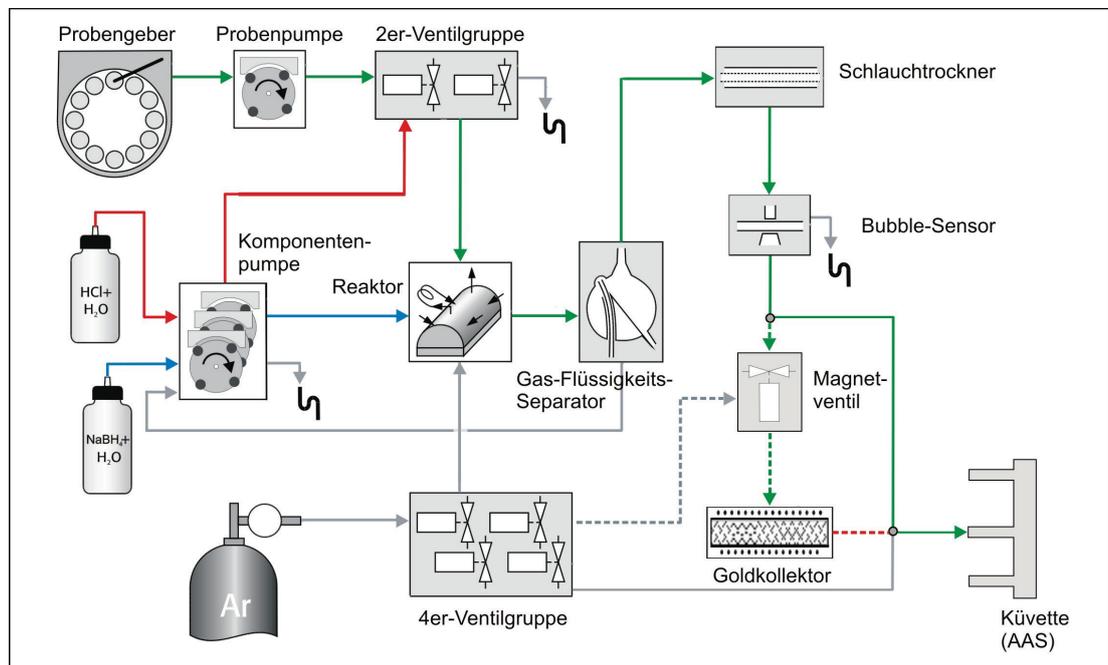


Bild 3 Funktionsschema des HS 60 modular

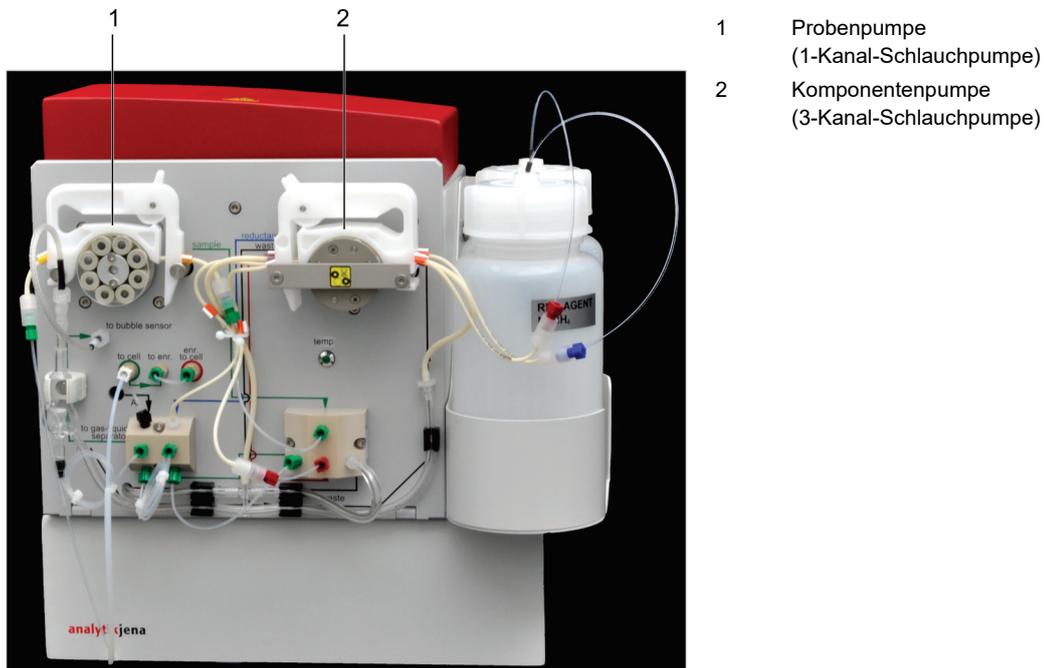


WICHTIG

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

4.3 Aufbau des Hg/Hydrid-Systems HS 60 modular

4.3.1 Schlauchpumpen



- 1 Probenpumpe
(1-Kanal-Schlauchpumpe)
- 2 Komponentenpumpe
(3-Kanal-Schlauchpumpe)

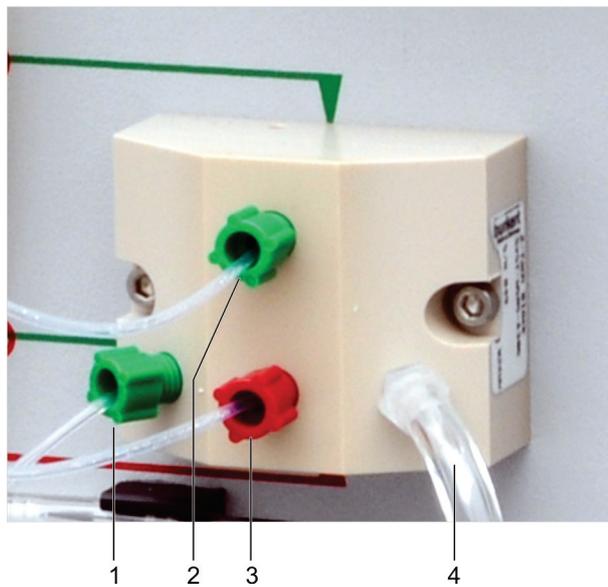
Bild 4 Schlauchpumpen

Die Schlauchpumpen sind mit einstellbaren Snap-in-Kassetten bestückt. Die 1-Kanal-Pumpe (1), mit einem Ismaprene-Schlauch von 1,42 mm Innendurchmesser bestückt, fördert die Probe in 4 wählbaren Geschwindigkeitsstufen mit Pumpraten von 5 bis 11 mL/min. Die Probenpumpe läuft nur während der Ladezeit und Reaktionszeit.

Die 3-Kanal-Schlauchpumpe (2) fördert mit dem vorderen und hinteren Kanal Säure und Reduktionsmittel und pumpt mit dem mittleren Kanal die Flüssigphase aus dem Gas-Flüssigkeits-Separator ab. Die 3-Kanal-Pumpe läuft bei Messungen von Metallhydriden und Quecksilber ohne Anreicherung während des gesamten Messzyklus, bei Messungen von Quecksilber mit Anreicherung vom Beginn des Messzyklus bis zum Ende der Spülzeit 1 mit fest eingestellter Pumpgeschwindigkeit. Während der Reaktionsphase wird die Pumpgeschwindigkeit intern der Geschwindigkeit der Probenpumpe angepasst. Dabei reicht die Förderate für Reduktionsmittel und Säure von 1–7 mL/min.

Übersicht Pumpschläuche		
Funktion	Stopper	ID [mm]
3-Kanal-Pumpe		
Reduktionsmittelschlauch	orange-orange	0,89
Säureschlauch	orange-orange	0,89
Abpumpschlauch	violett-violett	2,06
1-Kanal-Pumpe		
Probenschlauch	gelb-gelb	1,42

4.3.2 Die 2er-Ventilgruppe

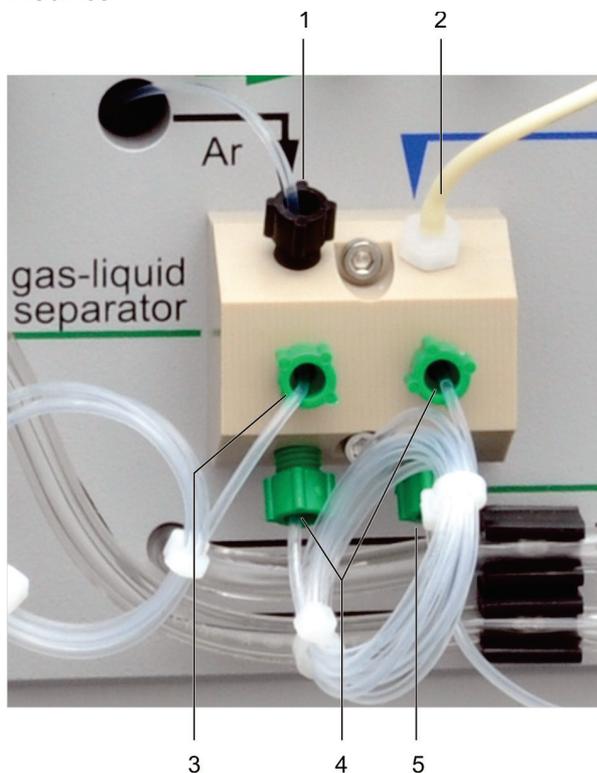


- 1 Probe zum Reaktor
- 2 Probe von der Probenpumpe
- 3 Säure von der Komponentenpumpe zum Abfall
- 4

Bild 5 2er-Ventilgruppe

Die 2er-Ventilgruppe besteht aus 2 inertem Magnetventilen auf einem PEEK-Grundkörper. Sie schaltet während der Reaktionsphase den Probenfluss zum Reaktor und die Säure auf Abfall. Im Grundzustand ist der Säurefluss zum Reaktor geschaltet und die Probe fließt bei aktiver Probenpumpe zum Abfall.

4.3.3 Reaktor

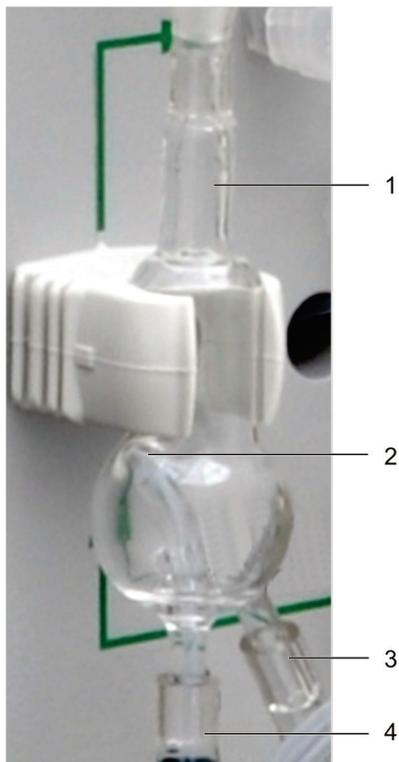


- 1 Eintritt Inertgas Argon
- 2 Eintritt Reduktionsmittel
- 3 Austritt Reaktionsprodukte zum Gas-Flüssigkeits-Separator
- 4 Anschlüsse Schlauchbrücke, Reaktor-schlauch
- 5 Eintritt Probe (oder Säure)

Bild 6 Reaktor

Im Reaktor aus PEEK treffen Probe bzw. Säure und Reduktionsmittel unter einem Winkel von 120° aufeinander und reagieren miteinander. Die reagierenden Komponenten werden unter einem Winkel von 60° zu beiden Eingängen abgegriffen. Im 75 cm langen, gewickelten MFA-Schlauch mit 1 mm Innendurchmesser läuft die weitere Reaktion ab. An einem zweiten Stoßpunkt treffen Argonstrom und Reaktionsprodukte unter 120° aufeinander und fließen unter 60° ab. Die Reaktion, d.h. das Freisetzen der gasförmigen Metallhydride bzw. des atomaren Quecksilbers, ist im Reaktor abgeschlossen.

4.3.4 Gas-Flüssigkeits-Separator



- 1 Austritt Reaktionsgas
- 2 Ausbeulung
- 3 Austritt flüssiger Abfall
- 4 Eintritt Reaktionsgas

Bild 7 Gas-Flüssigkeits-Separator

Der Gas-Flüssigkeits-Separator aus Duran-Glas zeichnet sich durch ein geringes Totvolumen aus. Die Reaktionsprodukte werden von unten eingeleitet (4), der Schlauch mündet in einer halbkugelförmigen Ausbeulung (2), wodurch die Blasenbildung selbst bei schäumenden Proben stark herabgesetzt wird. Die gasförmigen Reaktionsprodukte treten mit dem Trägergas Argon nach oben aus (1). Damit ist die Gefahr, dass Tropfen mitgerissen werden, auf ein Minimum reduziert. Die Restflüssigkeit wird vom Boden des Gas-Flüssigkeits-Separators abgepumpt (3).

4.3.5 Schlauchmembran-Trockner

Im Schlauchmembran-Trockner wird das Reaktionsgas durch Feuchtigkeitsaustausch mit der umgebenden Luft getrocknet. Dadurch wird dem Messgas die Restfeuchte entzogen. Der Schlauchtrockner verbindet den Gas-Flüssigkeits-Separator mit dem Bubble-Sensor.

4.3.6 Bubble-Sensor mit Umschaltventil

Der Bubble-Sensor

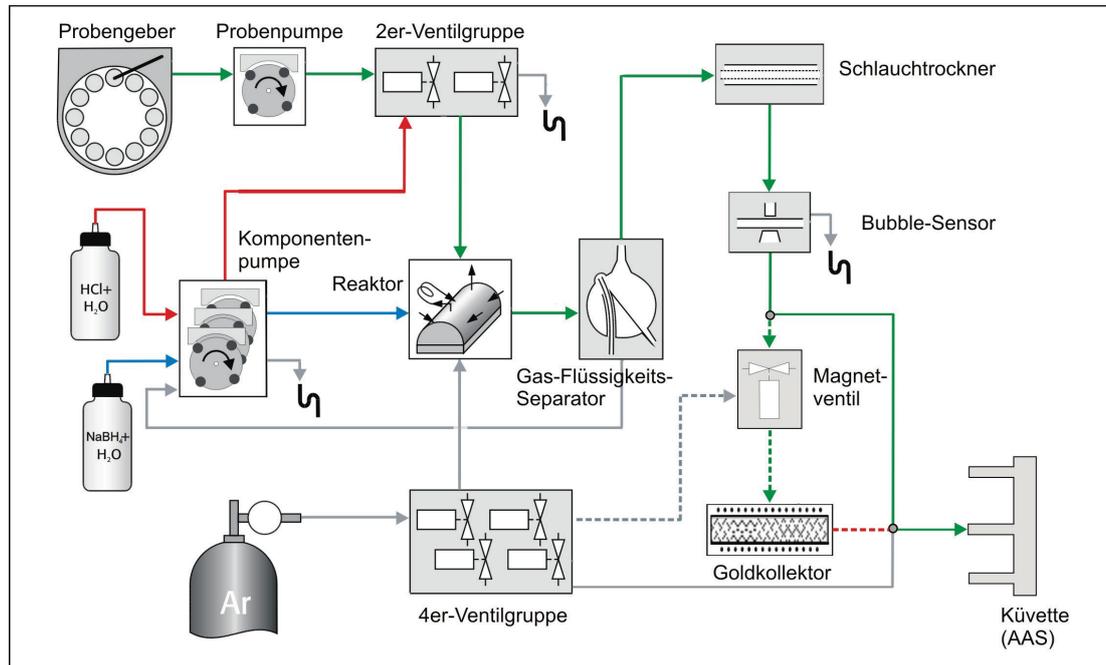


Bild 3 spricht auf kleinste Bläschen und Tröpfchen im MFA-Schlauch an. Die Flüssigkeit bewirkt im MFA-Schlauch eine Brechzahländerung, die von einer Lichtschranke erkannt wird. Spricht der Bubble-Sensor an, schaltet das nachfolgende Magnetventil vom direkten Durchgang auf Abfall und verhindert so das Eindringen von Feuchtigkeit in die Schläuche, die zur Küvette bzw. zum Goldkollektor führen.

4.3.7 4er-Ventilgruppe zur Gassteuerung

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

Ventil MV2: F2 mit 20 L/h als direkter Gasfluss zur Küvette für den Signalabbruch beim FBR-Verfahren für die Hg-Bestimmung ohne Anreicherung

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

Ventil MV5: schaltet F3, F4 wahlweise zum Reaktor oder zum Goldkollektor (zum Austreiben des freigesetzten Quecksilbers). Der anliegende Gasdruck wird von einem Druckwächter stetig überwacht.

4.3.8 Modul „Hg Plus“

Das Modul „Hg Plus“ ist optionales Zubehör und kann vom Anwender nachgerüstet werden. Es befindet sich oben im Funktionsmodul. Das Modul umfasst neben dem Schacht mit dem Goldkollektor, Sensor und Lüfter eingangsseitig ein 3/2-Magnetventil. Dieses Magnetventil

schaltet wahlweise das Reaktionsgas zum Laden und den direkten Gasfluss zum Ausheizen auf den Goldkollektor.

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 Goldkollektor 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 Goldkollektor wird nach dem Ausheizen durch den Luftstrom eines Axiallüfters abgekühlt.

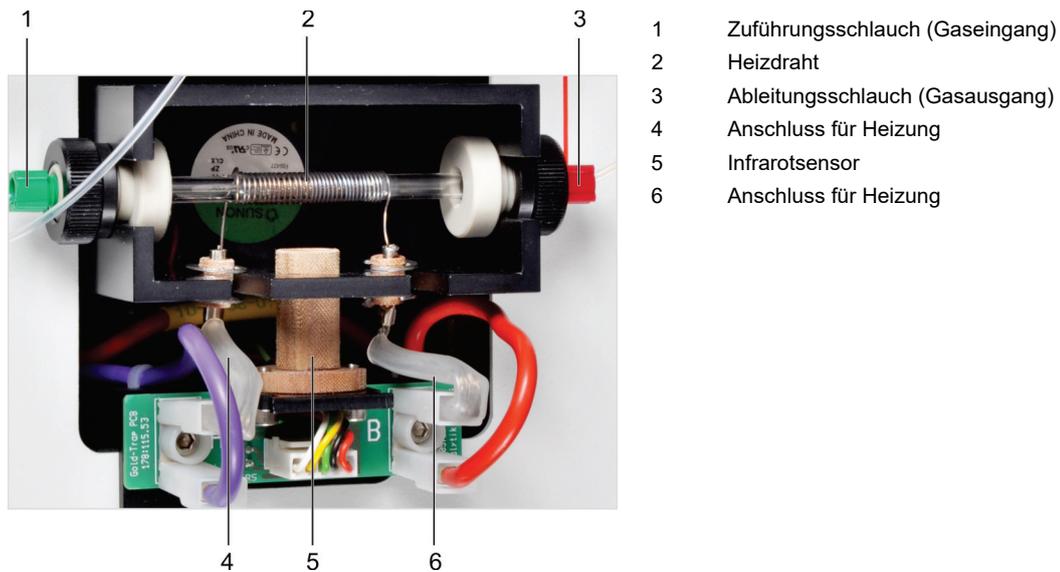


Bild 8 Goldkollektor

4.4 Messabläufe



WICHTIG

Die Messungen werden über die Software des AAS-Gerätes gesteuert. Zur Durchführung von Messungen informiert Sie die separate Betriebsanleitung des AAS-Gerätes. Die Messparameter für die einzelnen Elemente (Hydridbildner und Hg) sind in den Kochbüchern dargestellt.

4.4.1 Fließinjektionsbetrieb ohne Anreicherung und FBR

Die erste Messung einer Kalibration bzw. jede einzelne Probenmessung beginnt mit der Ladephase, in der die Probenstrecke bis zur 2er-Ventilgruppe mit Probe beladen wird. Für die weiteren Messungen derselben Probe entfällt diese Phase.

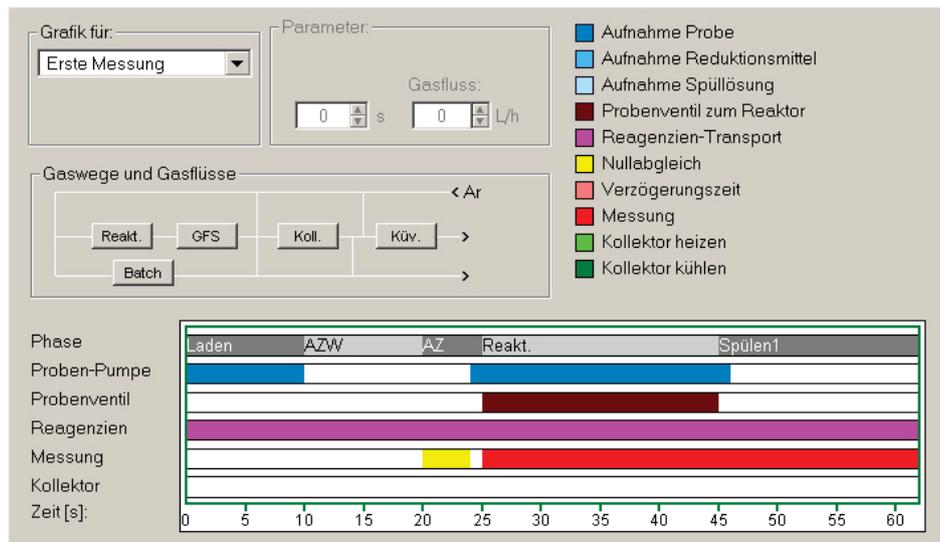


Bild 9 Betrieb ohne Anreicherung und ohne FBR

Während des gesamten Messablaufs werden von der 3-Kanal-Pumpe Reagenzien gefördert. In der Auto-Zero-Wartezeit (AZW) stellen sich bei gleichbleibendem Gasfluss in der Küvette konstante Bedingungen ein, sodass der Nullwert erfasst werden kann (AZ).

Während der Reaktionszeit (Reakt.) schaltet die 2er-Ventilgruppe die Probe zum Reaktor, die Probenpumpe läuft. Mit Reaktionsbeginn wird gleichzeitig die Messung gestartet. Reaktionszeit und Pumpgeschwindigkeit bestimmen die Probenmenge, die umgesetzt wird. Während der nachfolgenden Spülzeit (Spülen 1) wird das System durch den gleichbleibenden Gasstrom vom Reaktionsgas (Metallhydrid, Hg-Dampf) freigespült.

4.4.2 Fließinjektionsbetrieb ohne Anreicherung mit FBR (Fast Baseline Return)

Zu Beginn der ersten Messung einer Kalibration bzw. bei jeder einzelnen Probenmessung wird die Probenstrecke bis zur 2er-Ventilgruppe mit Probe beladen (Laden). Für die weiteren Messungen derselben Probe entfällt diese Phase. Während der Auto-Zero-Wartezeit (AZW) fließt ein Gasstrom von 20 L/h vom Ventil MV2 direkt zur Küvette und schafft für die folgende Nullwertmessung (AZ) gleiche Bedingungen wie für den Signalabbruch. Der frei wählbare Gasstrom durch die Reaktionsstrecke fließt gleichzeitig zum Abfall/Abgas.

Die 3-Kanal-Pumpe fördert während des gesamten Messablaufs Reagenzien. Während der Reaktionszeit gibt die 2er-Ventilgruppe die Probe zum Reaktor frei. Reaktionszeit und Probenpumpgeschwindigkeit bestimmen die Probenmenge, die umgesetzt wird. Der Gasfluss von 20 L/h ist unterbrochen. Dafür transportiert der frei wählbare Gasstrom die Reaktionsprodukte zur Küvette.

Während Spülzeit 1 (Spülen 1) wird der Gasfluss durch die Reaktionsstrecke beibehalten.

Während der Spülzeit 2 (Spülen 2) spült der direkte Gasstrom mit 20 L/h die Küvette frei und lässt das Signal schnell auf die Basislinie zurückkehren (Fast Baseline Return, FBR). Der frei wählbare Gasstrom durch die Reaktionsstrecke fließt während der Spülzeit 2 zum Abfall/Abgas und spült das System frei.

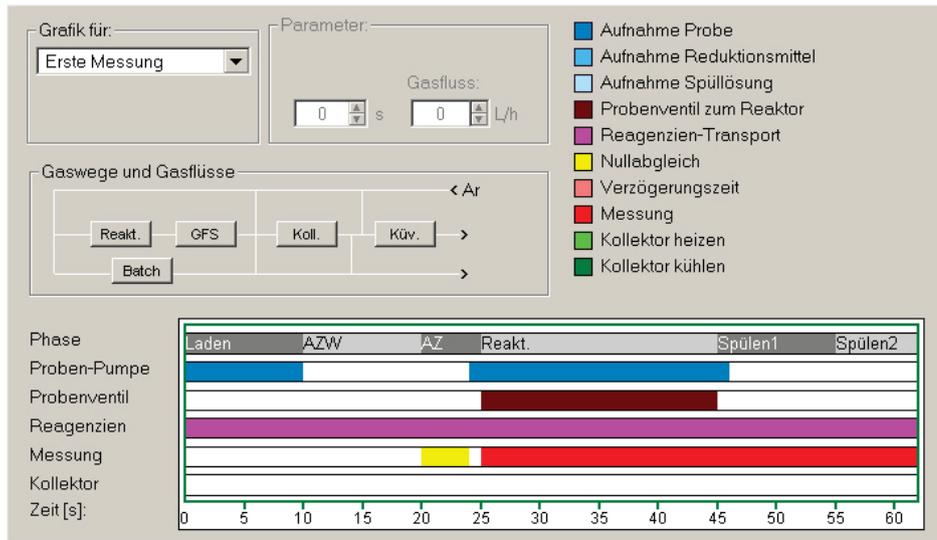


Bild 10 Betrieb ohne Anreicherung mit FBR

4.4.3 Fließinjektionsbetrieb mit Anreicherung

Zu Beginn der ersten Messung einer Kalibration bzw. bei jeder einzelnen Probenmessung wird die Probenstrecke bis zur 2er-Ventilgruppe mit Probe beladen (Laden). Für die weiteren Messungen derselben Probe entfällt diese Phase. Während der Reaktionszeit (Reakt.) läuft die Probenpumpe weiter, die 2er-Ventilgruppe schaltet die Probe zum Reaktor. Gleichzeitig fördert die 3-Kanal-Pumpe Reagenzien. Reaktionszeit und Probenpumpgeschwindigkeit bestimmen die Probenmenge, die umgesetzt wird. Der Gasfluss durch den Reaktor transportiert während der Reaktionszeit und anschließenden Spülzeit 1 das freigesetzte Quecksilber zum Goldkollektor, wo es angereichert wird. Die 3-Kanal-Pumpe läuft bis zum Ende der Spülzeit 1.

Während der AZ-Wartezeit (AZW) wird der frei wählbare Gasstrom vom Umschaltventil MV5 der 4er-Ventilgruppe direkt über den Goldkollektor zur Küvette geführt. Er schafft konstante Bedingungen für die Nullwertmessung (AZ).

Das Ausheizen des Goldkollektors, die Spülzeit 2 und die Messung werden zum gleichen Zeitpunkt gestartet. Der Transportgasstrom fließt weiterhin mit frei wählbarer Flussrate direkt zum Goldkollektor und transportiert das freigesetzte Quecksilber zur Küvette.

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

Auf die Spülzeit 2 folgt die Spülzeit 3. Es fließt ein konstanter Gasstrom von 31 L/h. Küvette und Goldkollektor werden freigespült, das Messsignal klingt auf der Basislinie aus.

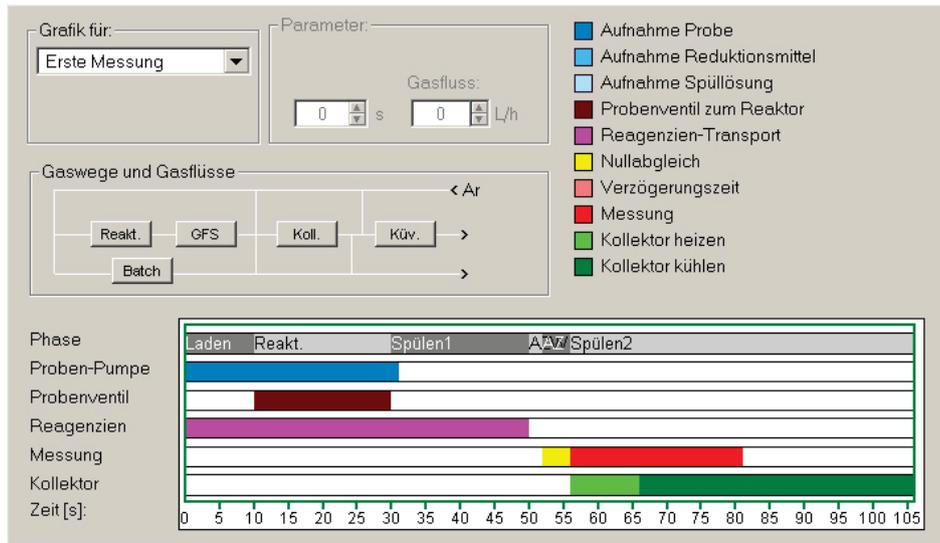


Bild 11 Betrieb mit Anreicherung

4.4.4 Systemspülung

Die Systemspülung kann abhängig von der Messaufgabe zu verschiedenen Zeitpunkten erfolgen:

- nach jeder Probenmessung
- als Aktion in der Proben-tabelle
- nur bei Konzentrationsüberschreitungen

Die Systemspülung erfolgt je nach Vorwahl nur mit verdünnter Säure oder mit Reduktionsmittel und verdünnter Säure.

Beim Spülen mit verdünnter Säure wird der Probenansaugschlauch vom Probengeber in das Spülgefäß getaucht, die Spülpumpe fördert Säure aus der Vorratsflasche in das Spülgefäß. Beim Arbeiten ohne Probengeber ist der Probenansaugschlauch von Hand in eine Vorratsflasche mit Säure zu tauchen (nach Anweisung). Während der ersten Hälfte der Spülzeit schaltet die 2er-Ventilgruppe den Probenweg mit Säurefluss auf Abfall, während der zweiten Hälfte auf Reaktor.

Das Spülen mit Reduktionsmittel und verdünnter Säure beginnt stets mit Reduktionsmittel.

Der Probenansaugschlauch wird in ein Probengefäß mit Reduktionsmittel getaucht, entweder automatisch vom Probengeber oder beim Arbeiten ohne Probengeber manuell (nach Anweisung).

Während der ersten halben Reduktionsmittel-Spülzeit schaltet die 2er-Ventilgruppe den Probenweg mit Reduktionsmittelfluss auf Abfall, danach auf Reaktor.

Nach Ablauf der Reduktionsmittel-Spülzeit kann eine Einwirkzeit von 10 Sekunden bis zu einigen Minuten erfolgen. Während der Einwirkzeit stehen Probenschlauch, 2er-Ventilgruppe, Reaktor und Gas-Flüssigkeits-Separator unter der Einwirkung von Reduktionsmittellösung.

Nach der Einwirkzeit wird der Probenansaugschlauch in Säure getaucht. Wieder schaltet die 2er-Ventilgruppe während der erste Hälfte der Spülzeit die von der Probenpumpe geförderte Säure auf Abfall, während der zweiten Hälfte auf Reaktor.

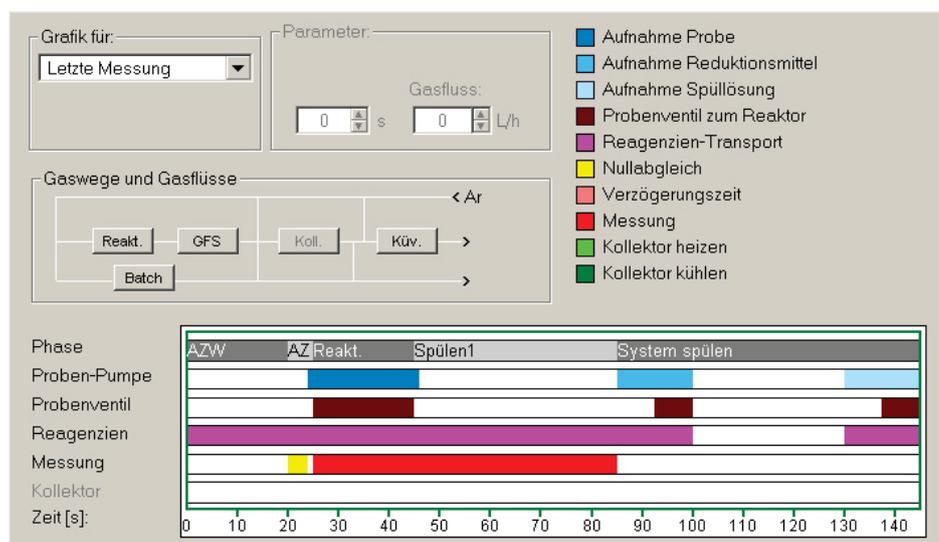


Bild 12 Systemspülung

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 60 modular hat eine Masse von 14 kg. Um gesundheitliche Schäden zu vermeiden, fassen Sie das Gerät an der durchgehenden Grundplatte des Basis-Moduls an.

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 Graphitrohrfenster lösen, Graphitrohrfenster 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.

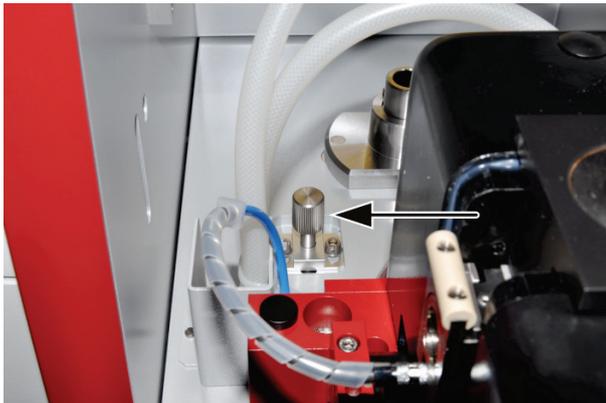


Bild 13 Sicherungsstift an der Ofenplatte am ZEEnit 650 P

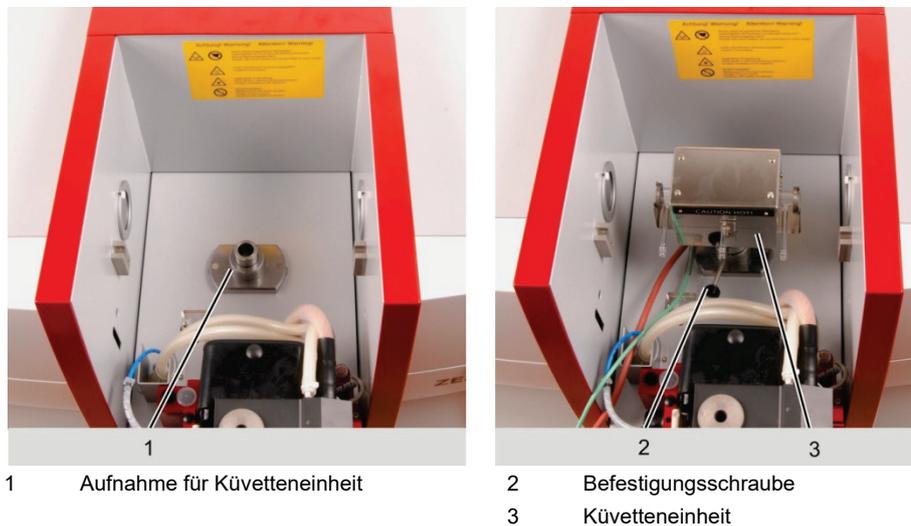


Bild 14 Aufnahme und Küvetteneinheit für Hg/Hydrid-System am ZEEnit 650 P

5. Küvetteneinheit nach oben aufklappen.

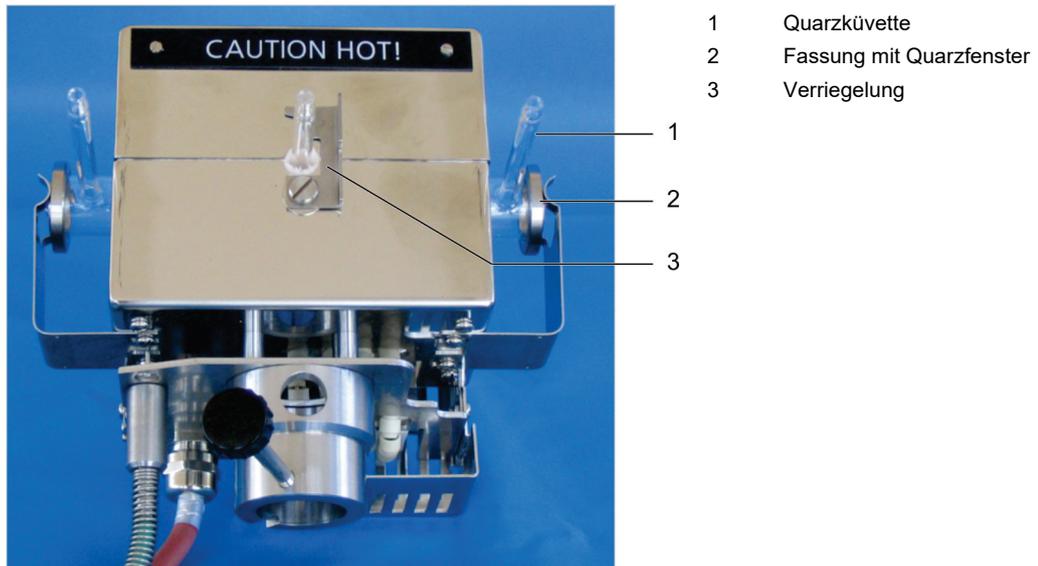


Bild 15 Küvetteneinheit mit Quarzküvette

6. Küvette einlegen



Quarz-Küvette für die Hydrid-Technik



Küvette für die Hg-Kaltdampftechnik

Bild 16 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 Probenraumbloch einhängen.

Bei Hg-Kaltdampftechnik:

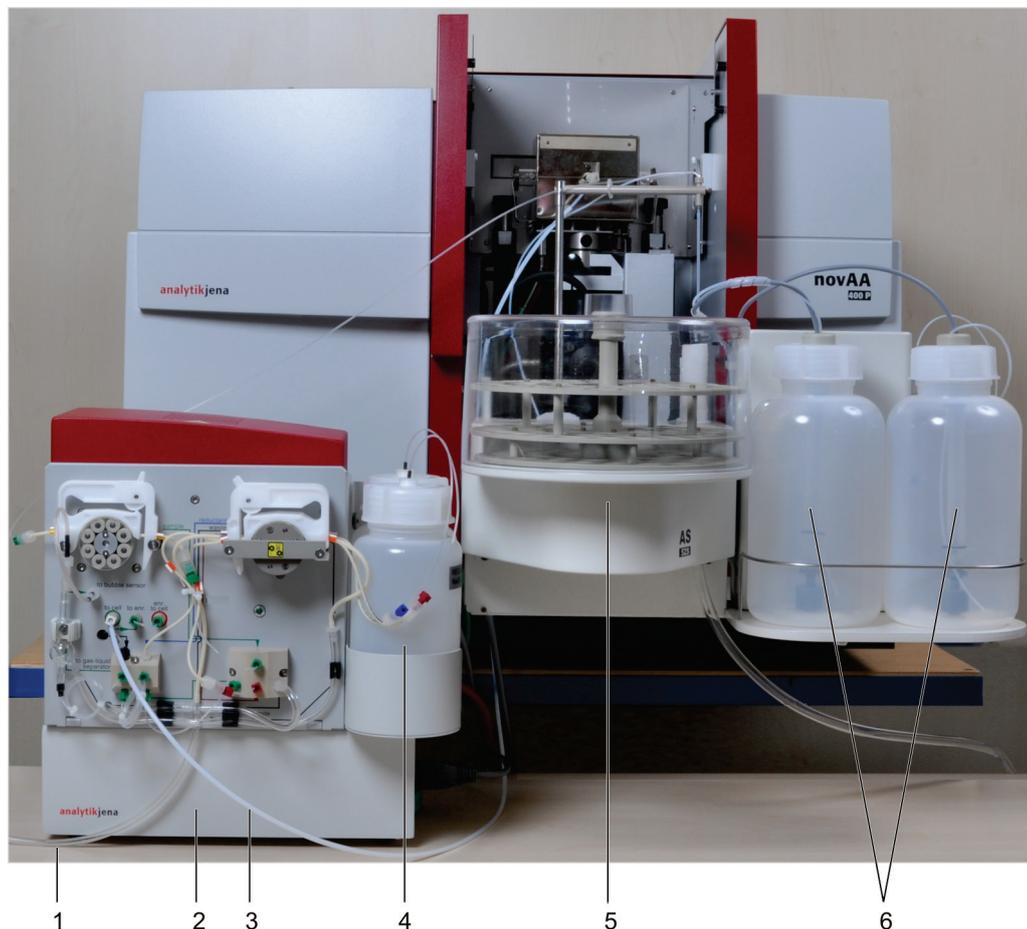
- Hg-Küvette einlegen, Küvetteneinheit schließen und verriegeln.
- ✓ **Damit ist die Küvetteneinheit im AAS-Gerät installiert.**

5.2.2 Das HS 60 modular mit Probengeber am AAS-Gerät installieren



WICHTIG

Die Spannungen (+ 5V/+ 24 V) für das HS 60 modular werden vom AAS-Gerät bereitgestellt.



- | | | | |
|---|--------------------------|---|---|
| 1 | Ablaufschlauch | 4 | Vorratsflaschen Reduktionsmittel, Säure |
| 2 | Basisgerät HS 60 modular | 5 | Probengeber |
| 3 | Gasschlauch zur Küvette | 6 | Vorratsflaschen Spüllösung, Diluent |

Bild 17 HS 60 modular mit novAA 400 P und Probengeber

1. Probengeber (AS-F bzw. AS-FD) in den Probenraum einhängen. HS 60 modular rechts vom AAS-Gerät oder auf einem Tisch neben dem AAS-Gerät aufstellen
2. 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 18)
- Sensorleitung Temperatur an Anschluss „cell sensor“ (1)
- Erdung der Sensorleitung mit Rändelschraube befestigen (1a)
3. 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 60 modular (2)
 - D-Sub-Buchse „AS“ des stärkeren Kabels an Anschluss des Probengebers
4. Signalleitung an Stecker „HS“ des AAS-Gerätes und an Stecker „AAS – RS232“ des HS 60 modular anschließen (3, siehe Bild 18).
 5. Netzkabel einstecken.
 6. Argonschlauch mit Schottverschraubung an der Rückseite verbinden (4).

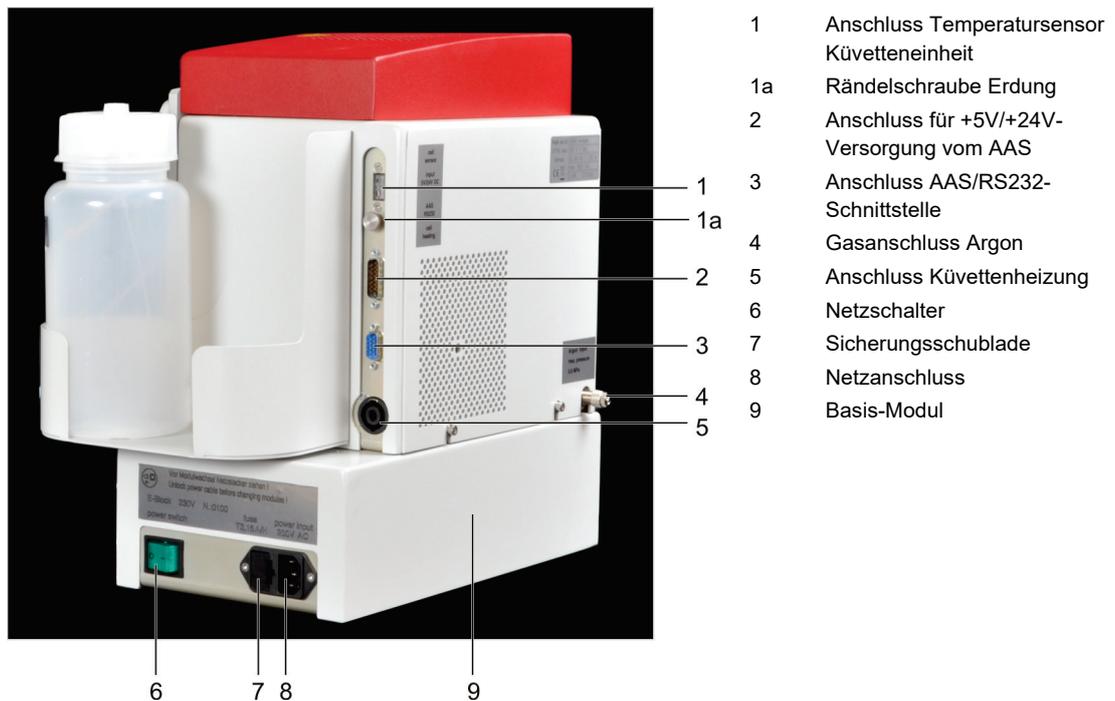


Bild 18 Hg/Hybrid-System HS 60 modular – Anschlüsse auf der rechten Seite

7. Ablaufschlauch an freien Stützen des Kreuz-Verbinders stecken. Das andere Ende des Schlauchs in die Öffnung des Deckels der Abfallflasche einfädeln.
8. Schlauchtrockner nach zu bestimmenden Elementen auswählen (für hybridbildende Elemente Typ „Hy“, für Quecksilber Typ „Hg“).
9. Schlauchtrockner an den oberen Ausgang des Gas-Flüssigkeits-Separators und den Anschluss „to bubble sensor“ an der Frontplatte anschließen.
10. Reaktionsgasschlauch zur Küvette je nach Betriebsart wie folgt an der Frontplatte anschließen:
 - Betriebsart „Hybrid“ und „Hg ohne Anreicherung“
 - Schlauch an den Anschluss „to cell“ (zur Küvette) (siehe Bild 19)
 - Betriebsart „Hg mit Anreicherung“
 - Schlauch an den Anschluss „enr. to cell“ (von Anreicherung zur Küvette)
 - Brücke vom Anschluss „to cell“ zum Anschluss „to enr.“ (to enrichment – zur Anreicherung) schließen.
11. Zweites Ende des Reaktionsgasschlauchs auf den mittleren Küvettenstützen schieben.
12. Vorratsflaschen mit Reduktionsmittel und Säure füllen.

13. Ansaugschlauch Reduktionsmittel (mit blauer Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch Reduktionsmittel (hintere Schlauchkassette) verbinden und bis zum Stopper in die Vorratsflasche für das Reduktionsmittel eintauchen.
14. Ansaugschlauch Säure (mit roter Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch Säure (vordere Schlauchkassette) verbinden und bis zum Stopper in Vorratsflasche Säure eintauchen.
15. Ansaugschlauch Probe (mit grüner Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch Probe (von der 1-Kanal-Pumpe) verbinden. Durch den Reiter auf dem Probengeberarm des Probengebers fädeln und auf die dünnere Kanüle stecken.
16. Probengeber AS-F bzw. AS-FD gemäß der Betriebsanleitung des AAS-Gerätes installieren.
 - ✓ **Damit ist das HS 60 modular (mit Probengeber) am AAS-Gerät installiert und für Messungen vorbereitet.**

Einschaltreihenfolge

Die Steuerleiterplatte „Hydrid“ 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 60 modular einschalten.
2. AAS-Gerät einschalten.
 - ✓ **Erste Messungen können gestartet werden.**

5.2.3 Wechsel zwischen den Betriebsarten

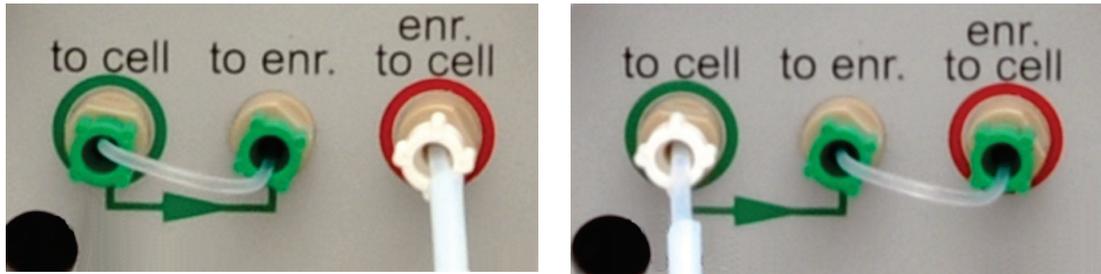
Für den Wechsel zwischen den Betriebsarten „Hydrid“ bzw. „Hg ohne Anreicherung“ und „Hg mit Anreicherung“ muss der Anwender die Verschlauchung an der Frontplatte des Moduls verändern.

Betriebsart „Hg mit Anreicherung“

1. Schlauchtrockner „Hg“ zwischen den oberen Ausgang des Gas-Flüssigkeits-Separators und dem Anschluss „to bubble sensor“ anschließen.
2. Schlauchbrücke zwischen Anschlüssen „to cell“ und „to enr.“ schließen (siehe Bild 19).
3. Küvettenschlauch mit Anschluss „enr. to cell“ verbinden.

Betriebsarten „Hydrid“ bzw. „Hg ohne Anreicherung“

1. Schlauchtrockner auswählen: „Hy“ für die Hydridtechnik oder „Hg“ für die Quecksilberbestimmung.
2. Schlauchtrockner zwischen oberen Ausgang des Gas-Flüssigkeits-Separators und dem Anschluss „to bubble sensor“ anschließen.
3. Küvettenschlauch an den Anschluss „to cell“ anschließen.
4. Schlauchbrücke zwischen den Ausgängen „to enr.“ und „enr. to cell“ schließen (oder offen lassen).



Betriebsart „Hg mit Anreicherung“

Betriebsart „Hybrid“ und „Hg ohne Anreicherung“

Bild 19 Verschlauchung an der Frontplatte in den verschiedenen Betriebsarten

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

Betriebsart „Hybrid“

- Quarzküvette einlegen und mit Quarzfenstern verschließen.

Betriebsarten „Hg ohne Anreicherung“ und „Hg mit Anreicherung“

- Hg-Küvette einlegen.

5.3 Umrüsten des HS 60 modular

Die Funktionsmodule Fließinjektion und Batch des modularen Hg/Hybrid-Systems sind austauschbar und können vom Anwender ausgewechselt werden. Des Weiteren besteht die Möglichkeit, das Gerät mit dem 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.

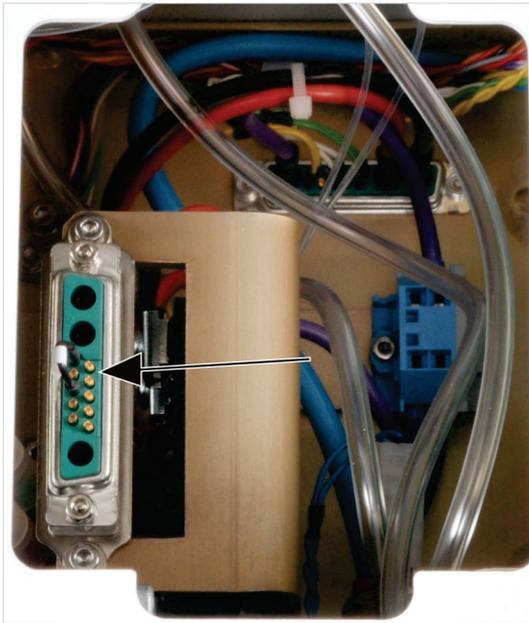
5.3.1 Nachrüsten des Moduls „Hg Plus“

**WARNUNG**

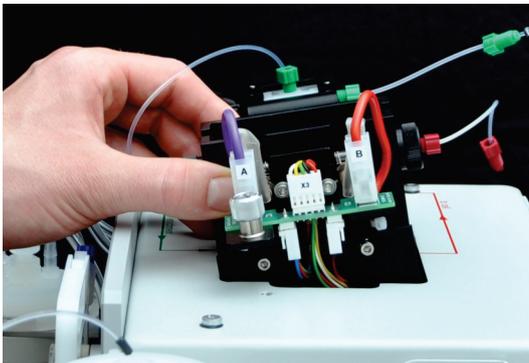
Zum Umbau AAS-Gerät und Hg/Hybrid-System ausschalten. Es besteht die Gefahr, einen elektrischen Schlag zu erleiden. Sowohl den Netzstecker des Hg/Hybrid-Systems als auch dessen Verbindungen zum AAS-Gerät und zur Küvetteinheit abziehen.

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

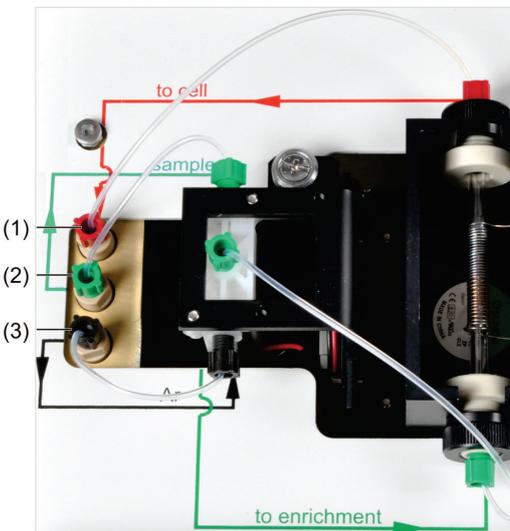
1. Verwendetes Spektrometer auswählen.
2. Ausgangskonfiguration des HS 60 modular auswählen.
3. Zielkonfiguration des HS 60 modular mit Anreicherung auswählen.
4. Modul „Hg Plus“ nachrüsten:
 - Rote Haube vom HS 60 modular abnehmen.



- 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 Fließinjektion über den Rahmen herstellen:

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

- Rote Haube wieder auf das Funktionsmodul aufsetzen.
- System mit dem Stromnetz, mit dem AAS-Gerät und der Küvetteneinheit verbinden. Gerät einschalten: zuerst HS 60 modular, dann AAS. Nach Initialisierung der Geräte in der Software die 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 60 modular vom Funktionsmodul Fließinjektion auf das Modul Batch und umgekehrt



WARNUNG

Zum Umbau AAS-Gerät und Hg/Hydrid-System ausschalten. Es besteht die Gefahr, einen elektrischen Schlag zu erleiden. Sowohl den Netzstecker des Hg/Hydrid-Systems als auch dessen Verbindungen zum AAS-Gerät und zur Küvetteneinheit abziehen.

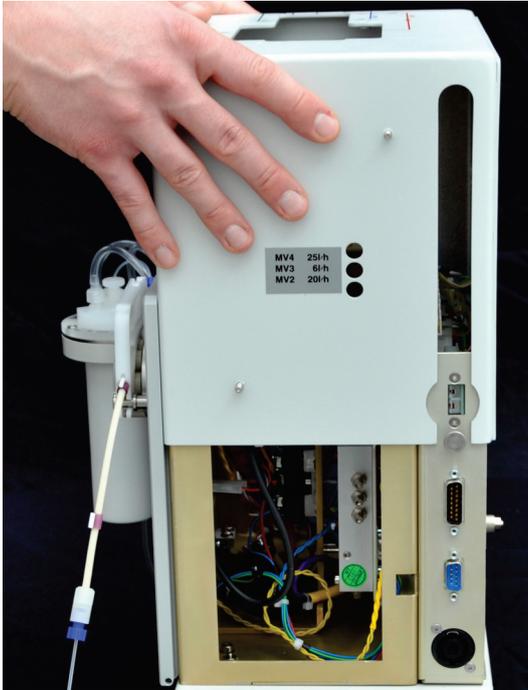
Nach dem Umbau darf das Hg/Hydrid-System erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn das neue Funktionsmodul und das Basis-Modul ordnungsgemäß verschraubt sind.

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:

- Ansaugschläuche aus den Vorratsflaschen ziehen und abwischen, um ein Abtropfen zu vermeiden.
- Vorratsflaschen aus dem Flaschenhalter nehmen und neben dem Hg/Hybrid-System abstellen.
- Argonschlauch 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 dem Funktionsmodul verbinden.
- Haube auf den Funktionsmodul setzen und anschrauben.
- Vorratsflaschen in den Flaschenhalter stellen und die Ansaugschläuche bis zum Stopper eintauchen.

6. Quecksilber-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:
 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, dem AAS-Gerät und der Küvetteneinheit verbinden. Gerät einschalten: zuerst Hg/Hydrid-System, dann AAS. Nach Initialisierung der Geräte in der Software die Schaltfläche [Weiter] anklicken.
9. Bei AAS mit serieller Schnittstelle muss mit Spektrometer belegter COM-Port ausgewählt werden.
 - ✓ **Das neue Funktionsmodul (Batch/Fließinjektion) 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 (gemäß 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 Kanülen können 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 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.**

Beschichtungsprogramm							
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 60 modular für HydrEA-Betrieb installieren

1. Am Probengeber Graphit (AS-GF) Klemmmutter der Schlauchführung lockern, Dosierschlauch herausziehen und in der Abfallflasche parken.
2. Titankanüle bis zur Krümmung in die Schlauchführung stecken und klemmen.
3. HS 60 modular und Probengeber für den kontinuierlichen Betrieb (AS-F oder AS-FD) anordnen:
 - Wenn das AAS-Gerät über einen zweiten Probenraum verfügt, kann der Probengeber in diesen eingehängt werden. Das HS 60 modular steht rechts vom AAS-Gerät.
 - Verfügt das AAS-Gerät über keinen zweiten Probenraum, werden HS 60 modular und Probengeber entweder auf einem Tisch vor dem AAS oder rechts bzw. links davon angeordnet.
4. Am HS 60 modular 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 60 modular (siehe Bild 18)
 - D-Sub-Buchse „AS“ des stärkeren Kabels an Anschluss des Probengebers (AS-F bzw. AS-FD)
6. Signalleitung an Stecker „HS“ des AAS-Gerätes und an Stecker „AAS – RS232“ des HS 60 modular anschließen.
7. Netzkabel einstecken.
8. Argonschlauch mit Schottverschraubung an der Rückseite verbinden.
9. Reaktionsgasschlauch und Schlauchtrockner nicht anschließen. HydrEA-Schlauch mit dem Koppelstück am oberen Ausgang des Gas-Flüssigkeits-Separators verbinden und auf die Titankanüle des Probengebers Graphit (AS-GF) stecken.
10. Vorratsflasche mit Reduktionsmittel füllen.
11. Ansaugschlauch Reduktionsmittel (mit blauer Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch Reduktionsmittel verbinden und bis zum Stopper in die Vorratsflasche für das Reduktionsmittel eintauchen.
12. Ansaugschlauch Säure (mit roter Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch Säure (vordere Schlauchkassette) verbinden und bis zum Stopper in die Vorratsflasche für Säure eintauchen.
13. Ansaugschlauch Probe (mit grüner Hohlschraube) mit dem Pumpschlauch Probe (von der 1-Kanal-Pumpe) verbinden. Durch den Reiter auf dem Probengeberarm des Probengebers AS-F bzw. AS-FD fädeln und auf die dünnere Kanüle stecken.
14. Probengeber AS-F bzw. AS-FD gemäß der Betriebsanleitung des AAS-Gerätes installieren.
 - ✓ **Damit ist das HS 60 modular am AAS-Gerät installiert und für den HydrEA-Betrieb 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 / contraAA 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 / contraAA 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 „Hydrid“ 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 60 modular einschalten.
2. AAS-Gerät einschalten.
 - ✓ **AS-GF, HS 60 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 bei der Reinigung nicht überschritten werden.

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] = 2200 (für Ir) bzw. 1000 (für Au)
 - Rate [°C/s] = 500 (= Temperaturanstieg)
 - Halten [s] = 10
3. Ausheizen des Graphitrohrs durch Anklicken der Schaltfläche [START] beginnen.
 - ✓ **Das Graphitrohr wird durch kurzes 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“ S. 8 aufgeführten Sicherheitshinweise.

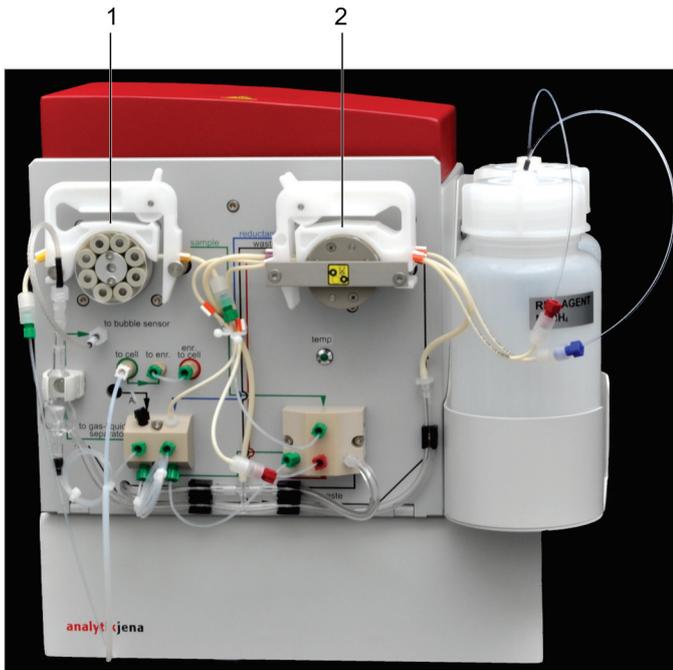
Um eine einwandfreie und sichere Funktion zu gewährleisten, sollte das HS 60 modular in einem jährlichen Zyklus durch den Kundendienst der Analytik Jena überprüft werden.

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 für Probe in die 1-Kanal-Schlauchpumpe (Probenpumpe) einhängen und für Abfall, Reduktionsmittel und Säure in die 3-Kanal-Schlauchpumpe (Komponenten-Pumpe) einhängen.
2. Andruck der Pumpschläuche durch Einstellen des Rasthebels herstellen.
3. System mit Reduktionsmittel und Säure beladen:
 - Software ASpect LS bzw. ASpect CS starten, im Fenster VOREINSTELLUNGEN Technik HYDRID auswählen und Geräte-Konfiguration initialisieren. Fenster mit [OK] schließen.
 - Schaltfläche [Hydridsystem] anklicken. Registerkarte KONTROLLE auswählen und Schaltfläche [System laden] anklicken.
 - ✓ **Das Gerät ist betriebsbereit.**



- 1 Probenpumpe (1-Kanal-Schlauchpumpe)
- 2 Komponentenpumpe (3-Kanal-Schlauchpumpe)

Bild 20 Schlauchpumpen

Arbeiten vor dem täglichen Ausschalten

1. Schläuche für Probe, Reduktionsmittel und Säure mit destilliertem Wasser oder schwach saurer Lösung spülen.
 2. Schläuche leer pumpen.
 3. Pumpschläuche durch Lösen der Schlauchkassetten entspannen.
 4. Reduktionsmittellösung im Kühlschrank aufbewahren.
- ✓ **Das Gerät kann ausgeschaltet werden.**

6.3 Sicherungswechsel



WARNUNG

Im Inneren des HS 60 modular gibt es Teile, die die Netzspannung führen. Es besteht die Gefahr, einen elektrischen Schlag zu erleiden. Vor den Wartungsarbeiten stets das Hg/Hydrid-System 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 Pumpschläuche prüfen und wechseln



WICHTIG

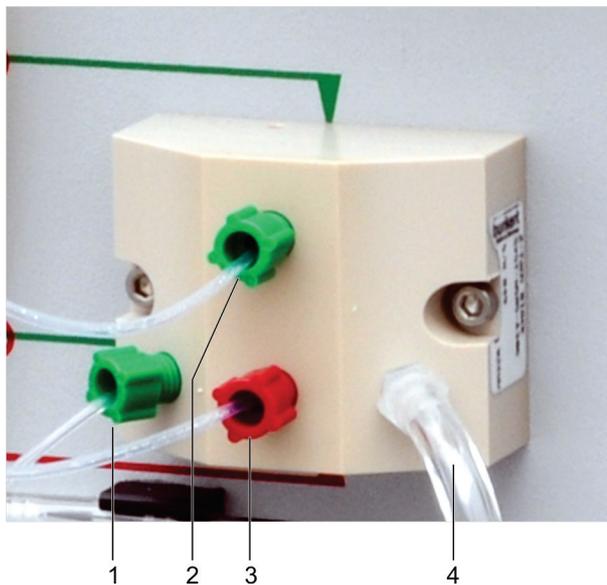
Prüfen Sie die Pumpschläuche regelmäßig visuell auf Abnutzung und Formveränderung. Wechseln Sie die Pumpschläuche für Reduktionsmittel, Säure und Probe immer gleichzeitig. Dadurch wird das korrekte Mischungsverhältnis gewahrt.



VORSICHT! Verätzungsgefahr!

Die verwendeten Lösungen sind sauer bzw. basisch. Vor dem Wechsel die Schläuche spülen und leer pumpen!

Probenschlauch tauschen



- | | |
|---|--------------------------------|
| 1 | Probe zum Reaktor |
| 2 | Probe von der Probenpumpe |
| 3 | Säure von der Komponentenpumpe |
| 4 | zum Abfall |

Bild 21 2er-Ventilgruppe

Bei Formveränderung im Pumpabschnitt oder irreversibler Kontamination tauschen Sie den Probenschlauch aus:

1. Probenschlauch (MFA) von der Kanüle des Probengebers abziehen.
 2. Schlauchkassette aushängen, Probenpumpschlauch (Ismaprene) entnehmen.
 3. Probenschlauch (MFA) an der 2er-Ventilgruppe lösen.
 4. Neuen Probenschlauch in die 2er-Ventilgruppe schrauben.
 5. Unter Beachtung der Pumprichtung (!) den Probenpumpschlauch (Ismaprene) in die Schlauchkassette einlegen.
 6. Schlauchkassette einhängen und andrücken.
 7. Neuen Probenschlauch zum Probengeber führen und auf die Ansaugkanüle stecken.
- ✓ **Der neue Probenschlauch ist betriebsbereit.**

Pumpschläuche für Reduktionsmittel und Säure erneuern

1. Pumpschlauch Säure von der 2er-Ventilgruppe lösen.
2. Pumpschlauch Reduktionsmittel vom Reaktor abziehen.
3. Zugehörige Ansaugschläuche aus den Vorratsflaschen ziehen.
4. Schlauchkassetten aushängen, Pumpschläuche (Ismaprene) entnehmen.
5. Neuen Pumpschlauch Reduktionsmittel unter Beachtung der Pumprichtung in die hintere Schlauchkassette einlegen, diese einhängen und andrücken.

Das Ende des Pumpschlauches auf den freien Stutzen des Reaktors stecken und den Ansaugschlauch in die Vorratsflasche für Reduktionsmittel tauchen.

6. Neuen Pumpschlauch Säure unter Beachtung der Pumprichtung in die vordere Schlauchkassette einlegen, diese einhängen und andrücken.

Das Ende des Pumpschlauches in die freie Öffnung der 2er-Ventilgruppe schrauben, den Ansaugschlauch in die Vorratsflasche für Säure stecken.

7. Schlauchkassetten in die richtige Raststellung versetzen.

✓ **Die neuen Pumpschläuche sind betriebsbereit.**

6.5 Schlauch-Membrantrockner austauschen

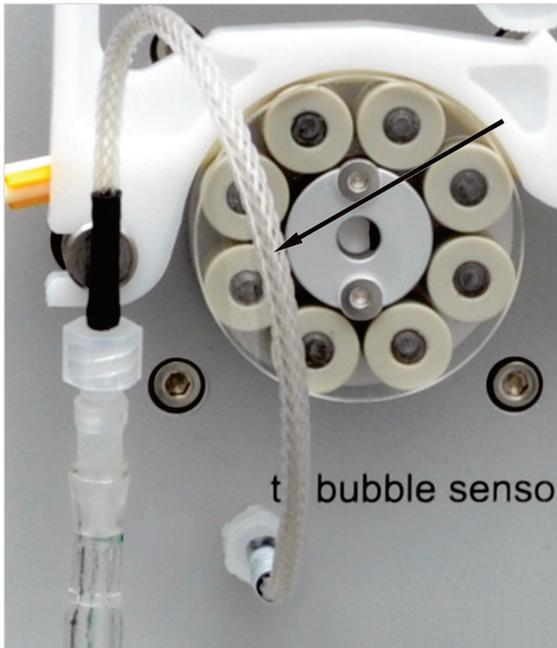


Bild 22 Schlauch-Membrantrockner

Der Schlauch-Membrantrockner ist funktionstüchtig, solange die Oberfläche nicht durch Partikel oder Kondensat verschmutzt ist. Tauschen Sie verschmutzte Schlauch-Membrantrockner immer aus. Versuchen Sie nicht, sie zu reinigen.

1. Schlauch-Membrantrockner vom Koppelstück am oberen Stutzen des Gas-Flüssigkeits-Separators und vom Anschluss „to bubble sensor“ an der Frontplatte lösen.
2. Neuen Schlauch-Membrantrockner auf das Koppelstück am oberen Stutzen des Gas-Flüssigkeits-Separators und an den Anschluss „to bubble sensor“ schrauben.
 - ✓ **Der neue Schlauch-Membrantrockner ist betriebsbereit.**

6.6 Schlauchweg erneuern

Ist der Schlauchweg von der 2er-Ventilgruppe bis zur Quarzküvette kontaminiert und bringen ein längerer Spülprozess mit Reduktionsmittellösung und Säure sowie Gasspülung keine Verbesserung der Absorptionsempfindlichkeit, sind folgende Schläuche zu tauschen:

- Schlauch von der 2er-Ventilgruppe zum Reaktor
 - Reaktorschlauch
 - Schlauch vom Reaktor zum Gas-Flüssigkeits-Separator
 - Schlauchtrockner
 - Küvettschlauch (von der Frontplatte zur Küvette)
1. Betreffenden Schlauch herausschrauben bzw. vom Stutzen abziehen.
 2. Neuen Schlauch mit Hohlschraube einschrauben bzw. auf Stutzen stecken.
 - ✓ **Der Schlauchweg ist erneuert.**

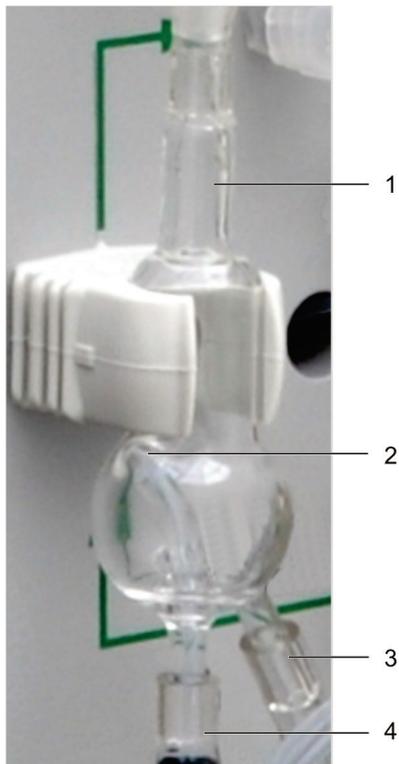
6.7 Gas-Flüssigkeits-Separator reinigen bzw. austauschen

Versuchen Sie, feste Niederschläge im Gas-Flüssigkeits-Separator zunächst durch Reinigung zu entfernen. Falls der Erfolg ausbleibt, tauschen Sie den Separator aus.



WARNUNG

Die Reinigungslösung (konzentrierte Salzsäure) ist stark ätzend. Die Dämpfe reizen die Atemwege. Handschuhe, Schutzkleidung und Schutzbrille tragen und unter Abzug arbeiten!



- 1 Austritt Reaktionsgas
- 2 Ausbeulung
- 3 Austritt flüssiger Abfall
- 4 Eintritt Reaktionsgas

Bild 23 Gas-Flüssigkeits-Separator

1. Schläuche vom Gas-Flüssigkeits-Separator abziehen:
 - Abpumpschlauch unten rechts (3, siehe Bild 23)
 - Schlauch vom Reaktor kommend, unten (4)
 - Gasaustrittsschlauch oben (1)
 2. Gas-Flüssigkeits-Separator aus der Klemme herausziehen.
 3. Gas-Flüssigkeits-Separator mit konzentrierter Salzsäure (37 %) reinigen. Die Säure einige Stunden einwirken lassen.
 4. Separator anschließend mit destilliertem Wasser spülen.
 5. Gereinigten bzw. neuen Gas-Flüssigkeits-Separator in die Klemme einsetzen.
 6. Schläuche auf die Stutzen des Gas-Flüssigkeits-Separator stecken:
 - Abpumpschlauch unten rechts
 - Schlauch vom Reaktor unten
 - Gasschlauch auf den Ausgangsstutzen oben
- ✓ **Der gereinigte bzw. der neue Gas-Flüssigkeits-Separator ist betriebsbereit.**

6.7.1 Reaktor reinigen bzw. austauschen

Reinigen Sie den Reaktor, wenn schlecht reproduzierbare Signale auftreten, die Signale ganz ausbleiben oder eine stark verminderte Förderrate auftritt. Falls der Erfolg ausbleibt, tauschen Sie den Reaktor aus.



WARNUNG

Die Reinigungslösung (konzentrierte Salzsäure) ist stark ätzend. Die Dämpfe reizen die Atemwege. Handschuhe, Schutzkleidung und Schutzbrille tragen und unter Abzug arbeiten!

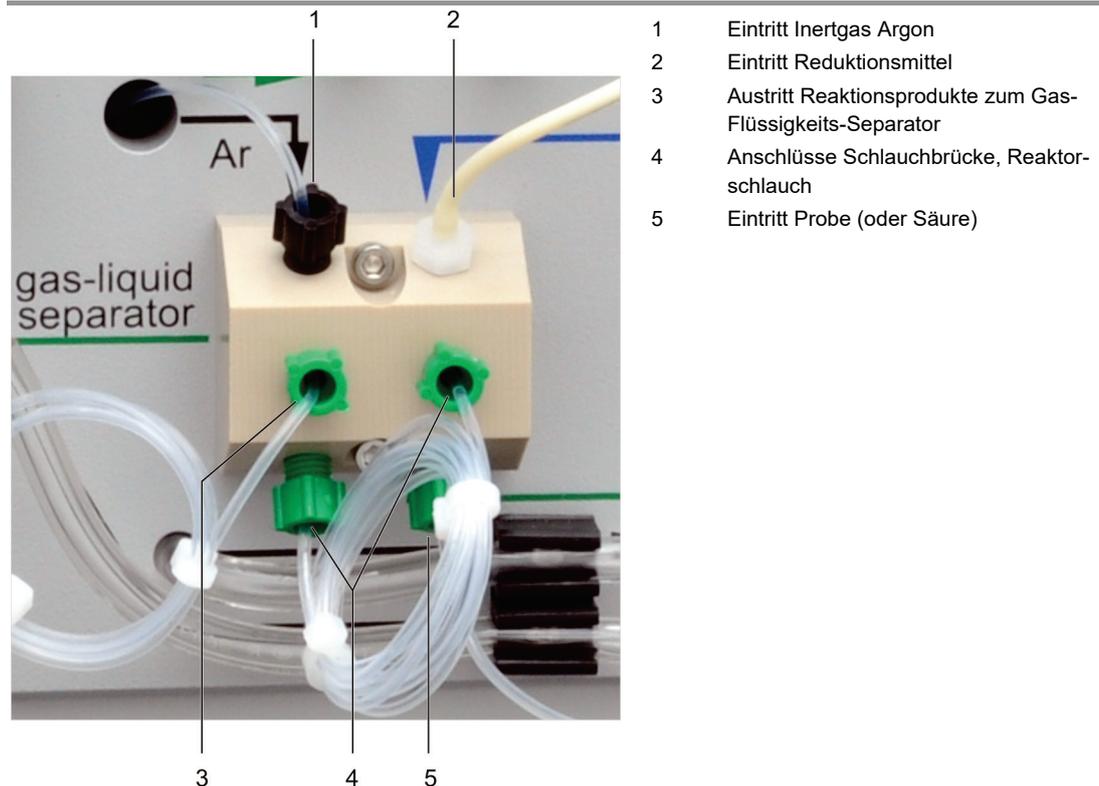


Bild 24 Reaktor mit Anschlüssen

1. Schläuche vom Reaktor abschrauben bzw. abziehen:
 - Pumpschlauch für Reduktionsmittel (2, siehe Bild 24)
 - Probe/Säure-Schlauch von der 2er-Ventilgruppe kommend (5)
 - Anschlüsse Schlauchbrücke (4)
 - Gaszuleitungsschlauch (1)
 - Schlauch zum Gas-Flüssigkeits-Separator (3)
2. Reaktor abschrauben.
3. Reaktor zerlegen, Einschraubverbinder herausschrauben.
4. Kanäle im Oberteil mit Reinigungsdraht säubern.
5. Oberteil in konzentrierte Salzsäure (37 %) einlegen.
6. Teflondichtung reinigen.
7. Teflondichtung auflegen, an den Ecken mit wenig Klebstoff fixieren.

8. Reaktor zuerst außen jeweils diagonal verschrauben, dann innen, ebenfalls diagonal.
 9. Schlauchbrücke und Einschraubverbinder in den Reaktor schrauben.
 10. Gereinigten bzw. neuen Reaktor anschrauben.
 11. Schläuche in den Reaktor schrauben bzw. auf Stützen stecken:
 - Pumpschlauch für Reduktionsmittel
 - Probe/Säure-Schlauch von der 2er-Ventilgruppe kommend
 - Schlauchbrücke
 - Gaszuleitungsschlauch
 - Schlauch zum Gas-Flüssigkeit-Separator
- ✓ **Der gereinigte bzw. der neue Reaktor ist betriebsbereit.**

6.8 Goldkollektor austauschen

Wenn bei der Hg-Bestimmung mit Anreicherung die erwartete Empfindlichkeit ausbleibt, die Signale 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 25) 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 25) 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.**

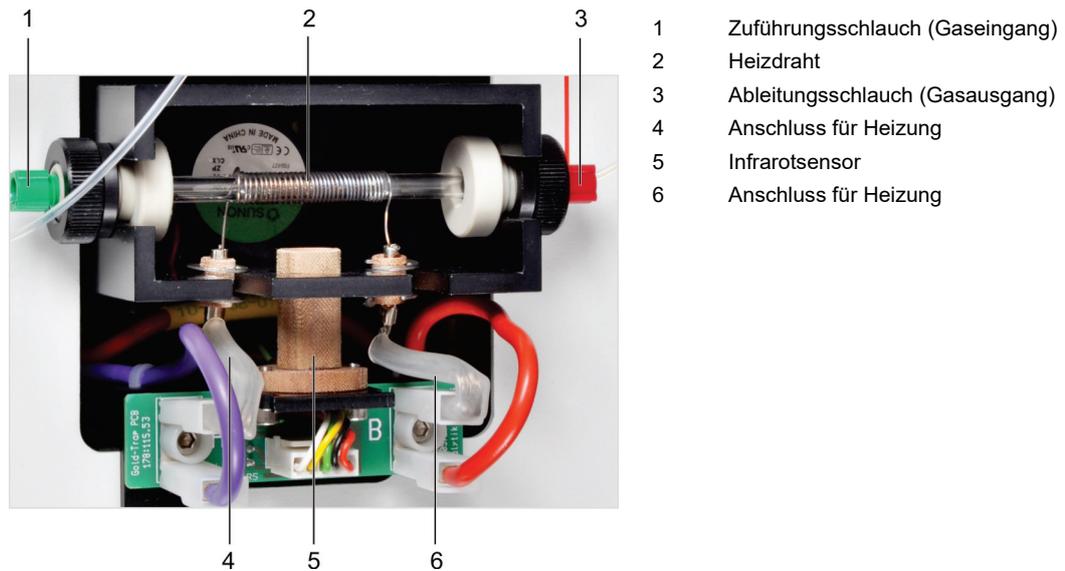


Bild 25 Anschlüsse am Goldkollektor

6.9 Küvettenfenster und Küvetten reinigen



VORSICHT

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

Die aktuelle Küvetten temperatur wird in der Software 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. Arbeiten Sie unter dem Abzug. Tragen Sie geeignete Schutzausrüstung (Gummihandschuhe, Gummischürze und Gesichtsschutz).

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! Es besteht die Gefahr der Knallgasbildung. Beschädigte Küvette austauschen; 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!

7 Hilfs- und Betriebsstoffe



WARNUNG

Beim Umgang mit den Hilfs- und Betriebsstoffen sind generell Schutzbrille und Schutzhandschuhe zu tragen. Die Sicherheitshinweise 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 60 modular werden die folgenden Hilfs- und Betriebsstoffe benötigt:

Hilfs- oder Betriebsstoff	Herstellung
Reduktionsmittel	
Lösung 1: 3,0 % NaBH_4 + 1,0 % NaOH (Stammlösung)	7,5 g NaBH_4 und 2,5 g NaOH (Plätzchen) in 250 mL dest. Wasser lösen (Ultraschallbad). Lösung 1 ist 4–6 Wochen im Kühlschrank haltbar.
Lösung 2: 0,3 % NaBH_4 + 0,1 % NaOH (einsatzfertig)	50 mL von Lösung 1 werden mit dest. Wasser auf 500 mL aufgefüllt. Lösung 2 ist 1–2 Tage im Kühlschrank haltbar.
Säure	
3 % HCl	In einem Maßkolben werden 500 mL dest. Wasser vorgelegt, 70 mL HCl (37 %, rauchend) dazu gegeben und auf 1000 mL mit dest. Wasser aufgefüllt.
Kalibration Arsen	
Spüllösung (für den Probengeber): ca. 0,2 % HCl	In einem Maßkolben werden 500 mL dest. Wasser vorgelegt, 5 mL HCl (37 %, rauchend) dazu gegeben und auf 1000 mL mit dest. Wasser aufgefüllt.
Verdünnungslösung (für den Probengeber): 3,0 % HCl	In einem Maßkolben werden 500 mL dest. Wasser vorgelegt, 70 mL HCl (37 %, rauchend) dazu gegeben und auf 1000 mL mit dest. Wasser aufgefüllt.
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!

Hilfs- oder Betriebsstoff	Herstellung
<p>Standardlösungen Arsen für die Hydrid-Technik: 0 / 2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0 µg/L As</p> <p>Weitere Standards: 2,0 µg/L: 200 µL Lösung 2 4,0 µg/L: 400 µL Lösung 2 6,0 µg/L: 600 µL Lösung 2 8,0 µg/L: 800 µL Lösung 2 (Herstellung siehe Lösung 3)</p>	<p>Herstellung der Standards über eine Verdünnungsreihe</p> <p>Standard-Beispiel 10 µg/L As Lösung 1: 1 g/L As (kommerzielle Standardlösung)</p> <p>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.</p> <p>Lösung 3: 10 µg/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!</p>
<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 60 modular stets auszuschalten. Sowohl den Netzstecker des Hg/Hydrid-Systems als auch dessen Verbindungen zum AAS-Gerät und zur Küvetteneinheit 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 die Pump- und Dosierschläuche, damit keine Reduktionsmittellösung oder Säure abtropfen kann. Die Lösungen sind aggressiv und greifen Textilien 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 Kondenswasserbildung können zur Zerstörung einzelner Komponenten HS 60 modular führen!

Eine Lagerung des HS 60 modular ist nur in klimatisierten Räumen zulässig. Die Atmosphäre sollte staubarm und frei von ätzenden Dämpfen sein.

Wird das HS 60 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. Bei Schaumbildung Schlauch-Membrantrockner am Ausgang des Gas-Flüssigkeits-Separators abtrennen.

Wird bei zu heftiger Reaktion Schaum mitgerissen, muss der Messvorgang sofort gestoppt werden. Das Hg/Hydrid-System sollte abgeschaltet werden.

10 Entsorgung

Das HS 60 modular ist nach Ablauf der Lebensdauer mit allen elektronischen Komponenten nach den geltenden Bestimmungen als Elektronikschrott zu entsorgen.