

multi EA 4000

Analizador elemental

Análisis de sólidos C, S y Cl



Instrucciones de uso

Servicio técnico: Analytik Jena AG
Kundendienst
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena
Alemania

Teléfono: Línea de atención: + 49 (0) 3641 / 77-7407
Fax: + 49 (0) 3641 / 77-7449
Correo electrónico: service@analytik-jena.de

Información general acerca de **Analytik Jena AG**
en Internet: <http://www.analytik-jena.com>

Derechos de autor y marcas comerciales

multi EA y multiWin son marcas comerciales registradas en Alemania propiedad de Analytik Jena AG.
Microsoft, Windows y MS Excel son marcas comerciales registradas de Microsoft Corp.
En este manual se prescinde del uso de la marca ® o TM.

Versión 01.16
Realización de la documentación técnica:
Analytik Jena AG

Índice

1	Información básica.....	7
1.1	Indicaciones sobre las instrucciones de uso.....	7
1.2	Uso previsto.....	7
1.3	Garantía y responsabilidad.....	8
2	Características técnicas.....	9
3	Indicaciones de seguridad.....	11
3.1	Normas y directivas.....	11
3.2	Símbolos y palabras clave utilizados.....	11
3.3	Símbolos de seguridad en el analizador.....	12
3.4	Estado técnico.....	13
3.5	Requisitos del personal.....	13
3.6	Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento.....	14
3.7	Indicaciones de seguridad para el funcionamiento.....	15
3.7.1	Generalidades.....	15
3.7.2	Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios.....	15
3.7.3	Indicaciones de seguridad eléctricas.....	16
3.7.4	Indicaciones de seguridad para instalaciones y recipientes de gas comprimido.....	16
3.7.5	Manejo de materiales de trabajo y auxiliares.....	17
3.7.6	Indicaciones de seguridad para el mantenimiento y reparación.....	21
3.8	Comportamiento en caso de emergencia.....	21
4	Configuración.....	22
4.1	Vista general.....	22
4.2	Equipo base.....	22
4.2.1	Sistema de atomización.....	22
4.2.2	Sistema de mangueras/neumático.....	23
4.2.3	Componentes para la limpieza y secado de gas de medición.....	24
4.2.4	Elementos de indicación y de manejo, conexiones.....	25
4.3	Módulo de C/S.....	27
4.4	Módulo de CI.....	29
4.4.1	Grupo constructivo de culombímetro y celda de medición.....	29
4.4.2	Tubo de atomización y secado de gas de medición.....	31
4.4.3	Limpieza de gas de medición.....	32
4.4.4	Conexiones.....	33
4.5	Módulo de sólidos de TIC automático.....	35
4.5.1	Características técnicas.....	35
4.5.2	Construcción.....	36
4.6	Módulo de sólidos manual de TIC.....	40
4.6.1	Características técnicas.....	40
4.6.2	Construcción del módulo de sólidos manual de TIC.....	41
4.7	Otros accesorios opcionales.....	44
4.7.1	Cargador de muestras.....	44
4.7.2	Sensor de llama.....	44

4.7.3	Báscula.....	44
5	Procedimiento de medición	45
5.1	Análisis de TC/TS	45
5.2	Análisis de TIC	45
5.3	Análisis de TOC.....	46
5.3.1	Método diferencial para el análisis de TOC	46
5.3.2	Método directo para el análisis de TOC.....	46
5.4	Determinación de carbono mediante pirólisis TC-EC (opcional)	47
5.5	Evaluación de datos en el módulo de C/S	47
5.5.1	Modo de calibración.....	47
5.5.2	Factor diario.....	48
5.5.3	Características del proceso	48
5.5.4	Otros cálculos.....	49
5.6	Determinación de Cl	50
5.7	Evaluación de datos en el modo de Cl	50
5.7.1	Rutina de punto final.....	50
5.7.2	Medición con división/factor de división.....	50
5.7.3	Evaluación	51
6	Primera puesta en funcionamiento	52
6.1	Requisitos generales	52
6.1.1	Condiciones de la colocación	52
6.1.2	Espacio requerido.....	52
6.1.3	Alimentación de energía	52
6.1.4	Alimentación de gas	53
6.2	Desembalaje y colocación del analizador.....	53
7	Manejo	54
7.1	Encendido/periodo de calentamiento/ajuste	54
7.2	Medición de C/S	56
7.2.1	Preparación del multi EA 4000 y el módulo de C/S	56
7.2.2	Realización de la medición de C/S	58
7.3	Determinación de carbono mediante pirólisis.....	61
7.3.1	Preparación del multi EA 4000 y el módulo de C/S	61
7.3.2	Realización de la determinación de carbono mediante pirólisis	61
7.4	Determinación de Cl	64
7.4.1	Preparación del multi EA 4000 para mediciones de Cl.....	64
7.4.2	Creación de solución de electrolito.....	69
7.4.3	Preparación de la celda de medición.....	70
7.4.4	Rutina de punto final.....	71
7.4.5	Realización de la medición de Cl.....	71
7.4.6	Comprobación de la relación de división	74
7.4.7	Calcinación de navetas de vidrio de sílice.....	75
7.5	Determinación de TIC/TOC con módulo de sólidos automático de TIC	76
7.5.1	Preparación del módulo de sólidos automático de TIC para el análisis.....	76
7.5.2	Reactivos necesarios.....	79

7.5.3	Realización de determinación de TIC con el módulo de sólidos automático de TIC.....	79
7.5.4	Determinación de TOC según el método diferencial con el módulo de sólidos automático de TIC (método recomendado).....	81
7.5.5	Medición de TOC con determinación directa.....	83
7.6	Determinación de TIC con el módulo de sólidos manual de TIC.....	86
7.6.1	Preparación del módulo de sólidos manual de TIC y el analizador.....	86
7.6.2	Realización de la medición de TIC.....	86
8	Mantenimiento y conservación.....	90
8.1	Equipo base multi EA 4000.....	90
8.1.1	Limpiar y conservar el equipo.....	90
8.1.2	Comprobación de las conexiones de las mangueras.....	90
8.2	Funcionamiento con el módulo de C/S.....	91
8.2.1	Comprobación y cambio del tubo de cerámica.....	91
8.2.2	Limpieza de la trampa de polvo.....	92
8.2.3	Cambio del secante en el tubo de secado.....	94
8.2.4	Renovación de la trampa de halogenuro.....	95
8.3	Funcionamiento con el módulo de Cl.....	96
8.3.1	Cambio del ácido sulfúrico y limpieza del recipiente de ácido sulfúrico.....	96
8.3.2	Mantenimiento y cambio del tubo de atomización de vidrio de sílice.....	97
8.3.3	Mantenimiento del electrodo combinado.....	99
8.3.4	Mantenimiento de las celdas de medición.....	101
8.3.5	Renovación del adsorbente.....	101
8.4	Funcionamiento con el módulo de sólidos automático de TIC.....	102
8.4.1	Limpieza del reactor de TIC del módulo de sólidos automático de TIC.....	102
8.4.2	Limpiar el serpentín de condensación.....	104
8.4.3	Desmontaje y sustitución de la manguera de bombeo.....	105
8.4.4	Limpieza del recipiente de condensación.....	107
8.5	Módulo de sólidos manual de TIC.....	108
8.5.1	Limpieza del reactor de TIC en el módulo de sólidos manual de TIC.....	108
8.6	Sustitución de las trampas de agua.....	108
9	Solución de errores.....	110
9.1	Indicaciones generales.....	110
9.2	Mensajes de error en multiWin.....	111
9.3	Indicaciones en la ventana de ESTADO DEL EQUIPO.....	117
9.4	Errores del equipo.....	119
9.4.1	Equipo base.....	119
9.4.2	Módulo de C/S.....	120
9.4.3	Módulo de Cl.....	121
9.5	Errores en la comunicación del equipo.....	122
9.6	Problemas analíticos.....	123
9.6.1	Determinación de C/S.....	123
9.6.2	Determinación de Cl.....	124
9.6.3	Determinación de TIC (módulo de sólidos automático de TIC).....	125
9.6.4	Determinación de TIC (módulo de sólidos manual de TIC).....	125
9.6.5	Mediciones en el modo de pirólisis (EC).....	126

10 Transporte y almacenamiento	127
10.1 Transporte	127
10.1.1 Preparación del analizador para el transporte	127
10.1.2 Indicaciones para el transporte.....	128
10.1.3 Recolocación del analizador en el laboratorio	128
10.2 Almacenamiento.....	129
10.3 Nueva puesta en marcha después de un transporte o almacenamiento.....	130
10.3.1 Colocación del multi EA 4000 C/S.....	130
10.3.2 Colocación del multi EA 4000 CI	133
10.3.3 Colocación del multi EA 4000 C/S CI	135
10.3.4 Colocación del módulo de sólidos automático de TIC	139
10.3.5 Colocación del módulo manual de TIC.....	142
10.4 Conexión y utilización del cargador de muestras FPG 48	145
10.4.1 Colocación y ajuste del cargador de muestras FPG 48.....	145
10.4.2 Equipar el cargador de muestras FPG 48	149
10.4.3 Interrupción de la medición con el cargador de muestras FPG 48.....	150
10.4.4 Reequipamiento del automuestreador FPG 48 con un sensor de navcillas	150
10.4.5 Reequipamiento del automuestreador FPG 48 con portaobjetos de navcillas	151
10.5 Utilización del avance manual de alimentación muestras.....	153
10.6 Conexión y uso de la báscula externa	154
11 Eliminación de residuos	155

Índice de ilustraciones

Fig. 1	Horno horizontal del equipo base multi EA 4000	23
Fig. 3	Flujómetros del equipo base multi EA 4000	24
Fig. 4	Trampa de polvo en el horno de atomización	24
Fig. 5	Tubo de secado y trampa de halogenuro.....	25
Fig. 6	Lámpara de estado del equipo base multi EA 4000.....	25
Fig. 7	Elementos de control detrás de las puertas frontales del multi EA 4000	26
Fig. 8	Conexiones del lado derecho del multi EA 4000.....	26
Fig. 9	Conexiones de la parte posterior del multi EA 4000	27
Fig. 10	Indicadores y conexiones en el módulo de C/S	28
Fig. 11	Módulo de Cl.....	29
Fig. 12	Construcción de la celda de medición.....	30
Fig. 13	Electrodo combinado para celda de medición.....	31
Fig. 14	Tubo de atomización de vidrio de sílice con trampa de gas.....	31
Fig. 15	Recipientes de ácido sulfúrico para el secado de gas de medición	32
Fig. 16	Trampa de halogenuro y tubo de adsorción en el módulo de Cl.....	32
Fig. 17	Conexiones del módulo de Cl en combinación con un módulo de C/S.....	33
Fig. 18	Conexiones para la celda de medición coulombimétrica en la pared interior del módulo de Cl.....	34
Fig. 19	Módulo de sólidos automático de TIC	35
Fig. 20	Reactor de TIC.....	36
Fig. 21	Bombas de manguera en el módulo de sólidos automático de TIC	37
Fig. 22	Secado y limpieza de gas de medición en el módulo de sólidos automático de TIC	38
Fig. 23	Trampa de polvo delante de la entrada del gas de medición del módulo de C/S.....	38
Fig. 24	Conexiones en el módulo de sólidos automático de TIC	39
Fig. 25	Módulo de sólidos manual de TIC.....	40
Fig. 26	Reactor de TIC del módulo de sólidos manual de TIC.....	41
Fig. 27	Flujómetro para el flujo de oxígeno.....	41
Fig. 28	Bomba dosificadora para ácido en el módulo de sólidos manual de TIC.....	42
Fig. 29	Componentes para el secado y limpieza de gas de medición en el módulo de sólidos manual de TIC.....	43
Fig. 30	Conexiones en el módulo de sólidos manual de TIC	43
Fig. 31	Comprobación de la trampa de halogenuro y el tubo de secado	58
Fig. 32	Elementos para la conexión del reactor de TIC y el tubo de cerámica	76
Fig. 33	Conexión de manguera en la trampa de halogenuro	90
Fig. 34	Ventana STATUS ANALYZER.....	117
Fig. 35	Sistema de mangueras para multi EA 4000 C/S.....	131
Fig. 36	Sistema de mangueras multi EA C/S para la medición en el modo de pirólisis	132
Fig. 37	Sistema de mangueras del multi EA Cl.....	134

Fig. 38	Sistema de mangueras multi EA C/S CI para mediciones de C/S con tubo de cerámica y trampa de oxígeno	136
Fig. 39	Sistema de mangueras multi EA C/S CI para mediciones de CI con tubo de vidrio de sílice y trampa de argón.....	137
Fig. 40	Sistema de mangueras multi EA C/S CI para mediciones en el modo de pirólisis	138
Fig. 41	Sistema de mangueras del módulo de sólidos automático de TIC	140
Fig. 42	Sistema de mangueras multi EA C/S con módulo de sólidos automático de TIC conectado	141
Fig. 43	Sistema de mangueras multi EA C/S con módulo de sólidos manual de TIC.....	143
Fig. 44	Sistema de mangueras multi EA C/SCI con módulo de sólidos manual de TIC	144
Fig. 45	Kit de reequipamiento del FPG 48 para la utilización del portaobjetos de navcillas	151

1 Información básica

1.1 Indicaciones sobre las instrucciones de uso

Sólo personal cualificado está autorizado a manejar el analizador multi EA 4000 observando, en todo momento, las instrucciones de estas instrucciones de uso.

Las instrucciones de uso informan sobre el montaje y funcionamiento del analizador y proporcionan al personal de servicio familiarizado con el análisis elemental los conocimientos necesarios para manejar este equipo y sus componentes de forma segura. Las instrucciones de uso ofrecen además indicaciones para el mantenimiento y conservación del equipo, y presentan las posibles causas y soluciones en caso de averías.

Convenciones

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

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

Las indicaciones de seguridad están señalizadas con pictogramas y una palabra clave. Se indican el tipo y la fuente de peligro, sus consecuencias y cómo evitarlo. El significado de las imágenes y palabras utilizadas se explica en el apartado "Indicaciones de seguridad" pág. 11.

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

- Los comandos del menú, botones, opciones y nombres de ventanas están señalizados con VERSALITA.
- Los comandos del menú de una secuencia de comandos están separados por una barra (/), p.ej. METHODS/EDIT.
- Los botones están señalados con corchetes, p.ej., [SAVE].

1.2 Uso previsto

El analizador elemental multi EA 4000 es un equipo destinado a la determinación del contenido de carbono total y/o el contenido de azufre total, o para la determinación del contenido de cloro total en muestras sólidas o pastosas. Después de la correspondiente preparación de muestras puede utilizarse también para la determinación de AOX.

El sistema se configura y amplía según los requisitos analíticos específicos.

El analizador multi EA 4000 tiene múltiples aplicaciones gracias a su construcción modular robusta, al manejo sencillo y a su capacidad de ampliación.

Gestión de residuos

El multi EA 4000 se puede utilizar, hasta cierto grado, para la determinación de TIC/TOC en residuos y también para la determinación de cloro total en carburantes sustitutos.

Control del medio ambiente

El multi EA 4000 permite la determinación simultánea de carbono y azufre en el análisis de sedimentos y suelos.

Centrales eléctricas

Un área de aplicación importante para el multi EA 4000 es tanto la determinación de azufre en carbón o residuos de cenizas, como también el registro del carbono restante en cenizas de incineradores. La determinación de cloro en carburantes sustitutivos también resulta relevante aquí.

Ensayo de materiales

El multi EA 4000 permite una determinación rápida de azufre y/o carbono en materiales de construcción como cementos o yeso, en materiales cerámicos o muestras de cristal.

Investigación y enseñanza

Debido a las muchas posibilidades de configuración específicas, el multi EA 4000 está indicado para su aplicación en la investigación y la enseñanza.

El analizador multi EA 4000 sólo se puede utilizar para los procedimientos descritos en estas instrucciones de uso para la determinación del contenido de carbono total y/o del azufre total, o bien para la determinación del cloro total en muestras sólidas, pastosas o líquidas. Cualquier otro uso diferente se considera como un uso inadecuado y no previsto. Los daños ocasionados son únicamente responsabilidad de la entidad explotadora.

Especialmente, no se debe analizar con este equipo ningún líquido o sustancia inflamable que pueda formar una mezcla explosiva. Tampoco se puede analizar ningún tipo de ácido concentrado.

El equipo sólo se puede utilizar con los gases portadores: oxígeno de 2,5 y argón de 4,5.

La seguridad de utilización del analizador multi EA 400 sólo está garantizada si éste se utiliza según las indicaciones de estas instrucciones de uso. Dentro del uso previsto también se considera la observación de los requisitos de instalación prescritos por Analytik Jena AG, que se pueden solicitar a través de la dirección de servicio técnico indicada en la portada.

1.3 Garantía y responsabilidad

La duración de la garantía y la responsabilidad corresponden a las directrices legales y normas establecidas en las condiciones generales de uso de Analytik Jena AG.

Cualquier acción que difiera del modo de utilización descrito en las instrucciones de uso supone, en caso de daños, una limitación de la garantía y la responsabilidad. La garantía no cubre los daños que se produzcan por desgaste o rotura de vidrios.

Los derechos de garantía y responsabilidad por daños personales o materiales quedan excluidos si son ocasionados por una o varias de estas acciones:

- Uso no previsto del analizador multi EA 4000.
- Puesta en marcha, manejo y mantenimiento inadecuados del analizador.
- Modificaciones en el equipo sin el previo consentimiento de Analytik Jena AG.
- Intervención no autorizada en el equipo.
- Manejo del equipo con dispositivos de seguridad defectuosos y/o en caso de dispositivos de seguridad y protección no montados correctamente.
- Supervisión deficiente de las piezas del equipo que están expuestas a desgaste.
- Utilización de piezas de repuesto, piezas de desgaste o consumibles no originales.
- Reparaciones inadecuadas.
- Errores provocados por la inobservancia de estas instrucciones de uso.

2 Características técnicas

Datos generales	
Nombre/tipo	Analizador multi EA 4000
Medidas	Equipo base (An x Alt x F) 550 x 500 x 550 mm Cada módulo: 300 x 500 x 550 mm Cargador de muestras: 520 x 500 x 700 mm
Peso	Aprox. 35 kg
Datos de funcionamiento	
Principio de digestión	Atomización oxidante
Temperatura de digestión	Según la aplicación de 1.000 a 1.500 °C (también posible con temperaturas más bajas)
Procedimiento de medición	TC, TIC, TOC, TS, EC, TCI
Detección de C y S	NDIR (combinado con el procedimiento VITA)
Detección de Cl	Culombimetría
Cantidad de muestra	Hasta 3.000 mg
Alimentación de muestras	Pesada en navcillas de vidrio de sílice o porcelana Cargador de muestras automático o avance manual
Alimentación de gas	Oxígeno mín. de 2,5 y argón de 4,5 Con presión previa de 2 a 4 bar
Control/evaluación (software de control y evaluación multiWin)	Gráfico en tiempo real, indicación de estado durante el análisis, representación gráfica de los resultados de medición, impresión de los resultados
Parámetros eléctricos	
Conexión	230 V CA (+ 10%, -15%), 50/60 Hz
Fusible	T16 A H
Consumo de energía medio	3.700 VA
Interfaz para ordenador	USB
Eliminación de interferencias (compatibilidad electromagnética)	De acuerdo con las disposiciones según EN 55022 clase A de interferencias y BMPT Vfg. 243/1991
Condiciones ambientales	
Temperatura durante el almacenamiento	De 5 a 55 °C
Temperatura durante el funcionamiento	De 10 a 35 °C
Humedad del aire durante el funcionamiento	Máx. 90 % a +30 °C
Humedad del aire durante el almacenamiento	Del 10 al 30 % (utilizar lugar seco)
Presión atmosférica	De 0,7 a 1,06 bar

Equipamiento mínimo de la unidad de control y evaluación

Sistema operativo:	Windows XP Professional con Service Pack 2.0 o su-
--------------------	--

Características técnicas

	perior
Procesador:	Pentium IV o superior
Memoria:	2 GB
Memoria libre en el disco duro:	40 GB
Unidad:	Reproductor de CD-ROM
Resolución de la pantalla:	1.024 x 768
Interfaces	USB 2.0

Características técnicas del módulo de CI

Rango de medición (* con división del gas de medición)	1 – 100 µg/10 µg – 20 mg* cloro total absoluto
Temperatura del horno	Hasta 1.000 °C
Tiempo de calentamiento	Hasta 30 min
Tiempo de análisis	Hasta 10 min – según el tiempo de atomización y la concentración
Peso neto de muestra (según la consistencia y la matriz)	Hasta 3.000 mg

3 Indicaciones de seguridad

Para su propia seguridad, es necesario leer cuidadosamente este apartado antes de la puesta en marcha del analizador multi EA 4000 y garantizar así un funcionamiento seguro y sin errores del analizador.

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

3.1 Normas y directivas

El analizador está construido según las normas técnicas actualmente vigentes y según las reglas de seguridad universalmente reconocidas.

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

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

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

Las indicaciones sobre posibles peligros no sustituyen el reglamento de seguridad profesional que se tiene que observar.

3.2 Símbolos y palabras clave utilizados

Para la indicación de peligros y/o indicaciones se utilizan los siguientes símbolos y palabras clave en las presentes instrucciones de uso. Las indicaciones de seguridad se encuentran siempre delante de una actividad.



ADVERTENCIA

Indica una posible situación peligrosa.
Si no se evita, puede provocar lesiones graves (lisiaduras) o incluso la muerte.



PRECAUCIÓN

Indica una posible situación peligrosa.
Si no se evita, pueden producirse lesiones leves o mínimas así como daños materiales.



PRECAUCIÓN: SUPERFICIE CALIENTE

El contacto con la superficie caliente puede provocar quemaduras.



ADVERTENCIA: TENSIÓN ELÉCTRICA PELIGROSA



IMPORTANTE

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



PROTECCIÓN DEL MEDIO AMBIENTE

Indica sugerencias de utilización e información que ayudan a la eliminación y manejo adecuado de las sustancias y materiales utilizados.

3.3 Símbolos de seguridad en el analizador

El analizador y los accesorios están provistos de símbolos de seguridad, cuyo significado hay que respetar obligatoriamente.

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

En el analizador y en los accesorios se pueden encontrar los siguientes símbolos de seguridad:



Advertencia de superficie caliente



Advertencia de tensión eléctrica peligrosa



Advertencia de lesiones en las manos por aplastamiento



Advertencia de sustancias nocivas para la salud



Advertencia de sustancias corrosivas

3.4 Estado técnico

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

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- ❑ Cualquier manipulación de los dispositivos de seguridad está prohibida. Las manipulaciones en los dispositivos de seguridad serán consideradas como intencionadas en caso de accidente.
- ❑ La entidad explotadora está obligada a utilizar el analizador sólo en un estado perfecto y seguro. El estado técnico debe corresponder en todo momento a las disposiciones y requisitos legales.
- ❑ Es necesario comprobar el correcto estado del analizador antes de cada uso por si presentara daños.
- ❑ Los usuarios deben informar inmediatamente a la entidad explotadora sobre cambios surgidos en el analizador que afecten la seguridad.
- ❑ Los componentes del equipo sólo deben conectarse a los conductos de alimentación previstos y concebidos para ello.
- ❑ Todos los dispositivos de seguridad y bloqueos tienen que estar accesibles y tienen que revisarse regularmente para comprobar su funcionamiento correcto.

3.5 Requisitos del personal

El analizador multi EA 4000 sólo debe ser utilizado por personal técnico cualificado y debidamente instruido en el manejo del analizador. La instrucción incluye la transmisión de los contenidos de estas instrucciones de uso y de las instrucciones de los demás componentes del sistema o equipos complementarios.

El analizador puede provocar daños si es utilizado por personal no instruido de un forma inadecuada o imprevista.

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

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

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

Las instrucciones de uso deben estar accesibles en todo momento para el personal de mantenimiento y servicio.

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- ❑ El analizador sólo debe ser puesto en funcionamiento, utilizado y mantenido por personal debidamente formado e instruido.

- ❑ El uso o el mantenimiento del analizador por menores de edad o personas que se encuentren bajo la influencia de alcohol, drogas o medicamentos no está permitido.
- ❑ Es necesario asegurar que sólo personal autorizado trabaje en o con el analizador.
- ❑ El personal de servicio debe conocer los peligros que pueden producirse al utilizar líquidos de medición. Es necesario utilizar los equipos de protección corporal adecuados.
- ❑ Antes de pausas y después de finalizar los trabajos, se deben realizar medidas de limpieza y protección cutánea adecuadas.
- ❑ Está prohibido comer, beber, fumar o trabajar con fuego abierto en el lugar de emplazamiento del analizador.

3.6 Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento

Básicamente, el emplazamiento del analizador debe ser realizado por el servicio técnico de Analytik Jena AG o por personal formado y autorizado por la empresa. Los trabajos de instalación y montaje por cuenta propia están terminantemente prohibidos. Las instalaciones deficientes pueden provocar graves daños.

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- ❑ Existe peligro de lesión por piezas no aseguradas apropiadamente. Durante el transporte es necesario asegurar los componentes del equipo de acuerdo con lo dispuesto en las instrucciones de uso.
- ❑ Transportar el analizador únicamente dentro del embalaje original. Comprobar que todas las medidas de seguridad de transporte se apliquen y que el analizador se vacíe completamente.
- ❑ Para evitar daños a la salud, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y transportar) el analizador en el laboratorio:
 - Por motivos de seguridad, son necesarias 2 personas para transportar el analizador. Éstas se deben colocar a ambos lados del equipo.
 - Puesto que el analizador no dispone de asas, agarrar el equipo firmemente con las dos manos por abajo y tener en cuenta antes de levantarlo simultáneamente que las piezas más sensibles de la parte delantera estén protegidas por las puertas cerradas.
 - Es necesario observar y atenerse a los valores indicativos y valores límite prescritos por la ley para el levantamiento y transporte de cargas sin medios auxiliares.

3.7 Indicaciones de seguridad para el funcionamiento

3.7.1 Generalidades

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

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- ❑ El analizador sólo se debe poner en marcha cuando todas las instalaciones de seguridad (p.ej., tapas, bandejas colectoras para productos químicos y puertas) estén presentes, instaladas reglamentariamente y funcionen correctamente.
- ❑ Es necesario comprobar regularmente el estado correcto de las instalaciones de seguridad y protección. Se deben resolver inmediatamente posibles defectos.
- ❑ Las instalaciones de seguridad y protección no se deben retirar nunca durante el funcionamiento ni se deben modificar o poner fuera de servicio.
- ❑ Durante el funcionamiento es necesario garantizar en todo momento la accesibilidad al interruptor principal situado en la parte posterior de la carcasa.
- ❑ Los dispositivos de ventilación existentes en el multi EA 4000 y en los módulos de ampliación deben funcionar correctamente. Las rejillas y las rendijas de ventilación tapadas pueden dar lugar a fallos de funcionamiento o pueden dañar el aparato.
- ❑ El analizador no debe ser encendido sin que haya sido montado el tubo de combustión.
- ❑ El horno trabaja a temperaturas de hasta 1500 °C. Las piezas calientes (horno, esclusa de gas, navecillas) no se deben tocar durante o justo después del funcionamiento del analizador.
En caso de funcionamiento manual, las navecillas calientes deben ser depositadas sobre la bandeja del avance manual o sobre otra superficie resistente al calor.
- ❑ No interrumpir la alimentación eléctrica durante el proceso de enfriamiento automático. En caso de una interrupción prolongada del suministro eléctrico durante el funcionamiento, desconectar el enchufe y abrir las paredes de la carcasa para evitar que se produzcan daños por sobrecalentamiento.
- ❑ Los materiales inflamables deben mantenerse alejados del analizador.

3.7.2 Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios

El analizador no debe utilizarse en un ambiente potencialmente explosivo. Está prohibido fumar o trabajar con fuego abierto en la sala de funcionamiento del analizador.

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

3.7.3 Indicaciones de seguridad eléctricas

Los trabajos en los componentes eléctricos del analizador sólo deben ser realizados por especialistas según las normas electrotécnicas vigentes. En el interior del analizador se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida.

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- Los módulos complementarios y los componentes del sistema siempre deben conectarse al y/o desconectarse del analizador en estado apagado.
- Antes de abrir el analizador es necesario desconectarlo vía interruptor principal y desenchufar el enchufe de alimentación de red.
- El analizador no debe ser encendido sin que haya sido montado el tubo de combustión.
- Todos los trabajos en el lateral derecho del analizador sólo deben ser realizados por el servicio técnico de Analytik Jena AG o por técnicos especialmente autorizados.
- Es necesario que el personal técnico compruebe regularmente los componentes eléctricos. Todos los defectos, como conexiones sueltas, cables defectuosos o dañados, deben ser subsanados inmediatamente.
- En caso de averías en los componentes eléctricos, desconectar el analizador de inmediato vía interruptor principal (parte posterior) y extraer el enchufe de alimentación de red.

3.7.4 Indicaciones de seguridad para instalaciones y recipientes de gas comprimido

Los gases portadores (argón y/u oxígeno) se recogen de recipientes de gas comprimido o de las instalaciones de gas comprimido locales. Es necesario tener en cuenta la respectiva pureza del gas (→ véase capítulo "Características técnicas" pág. 9).

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

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- Para el manejo de recipientes o instalaciones de gas comprimido tienen que respetarse en su totalidad la normativa local y las directivas vigentes sobre seguridad.
- Las mangueras de presión y los manorreductores sólo se pueden utilizar para los gases clasificados.
- Los conductos, mangueras, atornilladuras y manorreductores para el oxígeno deben mantenerse libres de grasa.
- Todos los conductos, mangueras y atornilladuras deben comprobarse regularmente por si presentaran zonas no herméticas o daños evidentes en el exterior. Las zonas no herméticas y los daños deben repararse de inmediato.
- Antes de los trabajos de inspección, mantenimiento y reparación es necesario cerrar las válvulas y ventilar el analizador.
- Después de la reparación y el mantenimiento de los componentes del recipiente y/o instalación de gas comprimido es necesario comprobar el estado de funcionamiento del analizador antes de volver a ponerlo en marcha.
- Se prohíbe realizar trabajos de instalación y montaje por cuenta propia.

3.7.5 Manejo de materiales de trabajo y auxiliares

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

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

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

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- Para todos los materiales auxiliares y de trabajo utilizados en relación con el funcionamiento y mantenimiento del analizador es necesario observar y respetar las disposiciones y las indicaciones de la hoja de datos de seguridad del fabricante correspondientes en cuanto al almacenamiento, manejo, aplicación y eliminación.
- No guardar en ningún caso material auxiliar o de trabajo en recipientes o vasos destinados a alimentos. Se debe utilizar siempre el recipiente adecuado para el material en concreto e identificarlo correspondientemente. Observar las indicaciones de las etiquetas.
- Al tratar reactivos es necesario llevar por regla general unas gafas y guantes de protección. Observar siempre las indicaciones de las etiquetas.
- Las muestras biológicas deben tratarse cumpliendo la normativa local sobre el manejo de materiales infecciosos.
- Especial atención al tratar con piezas de vidrio de sílice y de vidrio. Existe peligro de rotura y por tanto peligro de lesión.
- Los materiales auxiliares y de trabajo y sus recipientes no se deben eliminar como residuos domésticos ni dejar que lleguen a la canalización o a la tierra. Es necesario observar las disposiciones correspondientes para la eliminación de estos materiales.
- Los lugares de trabajo deben estar siempre bien ventilados.

Manejo de ácidos concentrados

Los siguientes ácidos se pueden utilizar en el análisis:

- Ácido sulfúrico concentrado como secante en la determinación de Cl
- Ácido acético y ácido nítrico de alta concentración para la creación del electrolito en la determinación de Cl
- Ácido ortofosfórico en la determinación de TIC
- Ácido clorhídrico en la determinación de TOC

Tenga siempre en cuenta las normas correspondientes y las indicaciones de las hojas de datos de seguridad de la CE del fabricante respecto al almacenamiento, manejo, uso y eliminación.

Tenga especialmente en cuenta las siguientes indicaciones al trabajar con los ácidos concentrados arriba citados:

- El ácido concentrado puede provocar fuertes abrasiones e irritaciones.
- Utilizar siempre guantes y gafas de protección al tratar con ácidos concentrados.
- Las salas del laboratorio deben estar bien ventiladas.

- Los ácidos concentrados arriba citados no se pueden eliminar a través de la canalización, aguas superficiales o subterráneas. Es necesario observar las disposiciones correspondientes para la eliminación.
- Guardar los ácidos concentrados sólo en los recipientes originales. Observar las indicaciones de las etiquetas.



IMPORTANTE

Si se producen abrasiones por ácido, realizar inmediatamente las siguientes medidas de primeros auxilios:

- Abrasiones de la piel:**
Quitarse la ropa y los zapatos contaminados inmediatamente, secar las zonas de piel afectadas con Polietilenglicol 400 y aclarar a continuación exhaustivamente con abundante agua.
- Abrasiones de los ojos:**
Aclarar los ojos con los párpados abiertos durante varios minutos con agua corriente (mín. 10 minutos); después buscar inmediatamente un oftalmólogo (incluso cuando se produzcan síntomas inmediatos).
- Abrasiones de los órganos respiratorios:**
Las personas afectas deben ser expuestas inmediatamente al aire fresco.
- Al ingerirlo:**
Beber mucha agua (en caso dado, varios litros). Evitar vomitar (peligro de perforación). Ningún intento de neutralización.

Buscar siempre inmediatamente un médico después de realizar las medidas de primeros auxilios.

Manejo de otras sustancias para la creación de electrolito

Para la creación de soluciones de electrolito se utilizan timol, azul timol, gelatina y metanol. Tenga siempre en cuenta las normas correspondientes y las indicaciones de las hojas de datos de seguridad de la CE del fabricante respecto al almacenamiento, manejo, uso y eliminación de las sustancias.

Metanol

Tenga especialmente en cuenta las siguientes indicaciones al trabajar con metanol:

- El metanol es tóxico al inhalarlo, tragarlo y al entrar en contacto con la piel. Existe el peligro de que se produzcan lesiones irreversibles.
- Utilizar siempre guantes y gafas de protección al tratar con metanol.
- Tener siempre disponibles líquidos para enjuagar los ojos en el lugar de trabajo.
- Las salas del laboratorio deben estar bien ventiladas.
- El metanol es fácilmente inflamable. Mantener el metanol alejado de fuentes inflamables y tomar medidas contra las cargas electrostáticas.
- El metanol no se puede eliminar a través de la canalización, aguas superficiales o subterráneas. Es necesario observar las disposiciones correspondientes para la eliminación.
- Guardar el metanol sólo en los recipientes originales. Observar las indicaciones de las etiquetas.



IMPORTANTE

Si se producen lesiones por metanol, realizar inmediatamente las siguientes medidas de primeros auxilios (tener en cuenta la protección personal):

Después del contacto con la piel:

Quitarse la ropa contaminada y aclarar las zonas de piel afectadas exhaustivamente con abundante agua.

Después del contacto ocular:

Aclarar los ojos con los párpados abiertos con agua abundante; después buscar inmediatamente un oftalmólogo.

Después de la inhalación:

Las personas afectas deben ser expuestas inmediatamente al aire fresco. Si se produce un paro respiratorio, realizar ventilación mecánica, en caso dado, proporcionar oxígeno. Consultar a un médico inmediatamente.

Después de la ingestión:

Beber mucha agua (en caso dado, varios litros). No vomitar. Beber etanol (p.ej. 1 vaso de bebida alcohólica del 40%). Consultar a un médico y advertirle sobre la ingestión de metanol.

Buscar siempre inmediatamente un médico después de realizar las medidas de primeros auxilios.

Timol

Tenga especialmente en cuenta las siguientes indicaciones al trabajar con timol:

- El timol es nocivo para la salud al ingerirlo (abrasiones).
- Tener siempre disponibles líquidos para enjuagar los ojos en el lugar de trabajo.
- Las salas del laboratorio deben estar bien ventiladas.
- El timol es tóxico para los organismos acuáticos y puede tener efectos nocivos duraderos en los caudales de corrientes de agua.
- El timol no se puede eliminar a través de la canalización, aguas superficiales o subterráneas. Es necesario observar las disposiciones correspondientes para la eliminación.
- Guardar el timol sólo en los recipientes originales. Observar las indicaciones de las etiquetas.



IMPORTANTE

Si se entra en contacto con el timol, realizar inmediatamente las siguientes medidas de primeros auxilios:

Después del contacto con la piel:

Quitarse la ropa contaminada inmediatamente, secar las zonas de piel afectadas con Polietilenglicol 400 y aclarar a continuación exhaustivamente con abundante agua.

Después del contacto ocular:

Aclarar los ojos con los párpados abiertos durante varios minutos con agua corriente (mín. 10 minutos); después buscar inmediatamente un oftalmólogo (incluso cuando se produzcan síntomas inmediatos).

Después de la inhalación:

Las personas afectas deben ser expuestas inmediatamente al aire fresco.

Después de la ingestión:

Beber mucha agua (en caso dado, varios litros). Evitar vomitar (peligro de perforación). Ningún intento de neutralización.

Buscar siempre inmediatamente un médico después de realizar las medidas de primeros auxilios.

Gelatina, azul timol

La gelatina y el azul timol no son productos peligrosos según las directivas comunitarias.

Si se entra en contacto con estas sustancias, realizar inmediatamente las siguientes medidas de primeros auxilios:

Después de la inhalación:

Las personas afectas deben ser expuestas al aire fresco.

Después del contacto con la piel:

Aclarar con agua abundante y quitarse la ropa contaminada.

Después del contacto ocular:

Aclarar con agua abundante con los párpados abiertos.

Después de la ingestión:

Beber mucha agua. Consultar a un médico en caso de malestar.

Formación de vapores de ácido acético

En el análisis de cloro se pueden formar vapores de ácido acético. Estos se enriquecen en la fase gaseosa a través de la superficie del electrolito (celda de titulación) o en la carcasa del módulo.

Los vapores de ácido acético no sólo son corrosivos sino también nocivos para la salud.

No inhalar estos vapores. Conectar siempre el tubo de adsorción con carbón activado al módulo de cloro.

3.7.6 Indicaciones de seguridad para el mantenimiento y reparación

El mantenimiento del analizador se debe realizar básicamente por el servicio técnico de Analytik Jena AG o por personal cualificado autorizado por la empresa.

Los trabajos de mantenimiento inadecuados pueden desajustar o dañar el analizador. La entidad explotadora sólo debe llevar a cabo las tareas indicadas en el apartado "Mantenimiento y conservación" pág. 90.

Se debe tener en cuenta lo siguiente:

- La limpieza exterior del analizador debe realizarse con el analizador apagado y con un paño ligeramente húmedo que no gotee.
- Todos los trabajos de almacenamiento y reparación del analizador deben realizarse con el analizador apagado (siempre y cuando no se indique lo contrario).
- Los trabajos de mantenimiento y el cambio de los componentes del sistema (desmontaje del tubo de atomización, mantenimiento de la trampa de polvo) se deben realizar una vez que se haya dejado enfriar el analizador suficientemente.
- Antes de los trabajos de mantenimiento y reparación, es necesario interrumpir la alimentación de gas y energía y ventilar el analizador.
- Sólo es posible utilizar piezas y complementos originales de Analytik Jena AG. Es necesario observar las indicaciones establecidas en el capítulo "Mantenimiento y conservación".
- Todos los dispositivos de protección deben instalarse inmediatamente después de los trabajos de mantenimiento y reparación y comprobar su funcionalidad.

3.8 Comportamiento en caso de emergencia

En caso de situaciones de peligro o averías es necesario desconectar inmediatamente el analizador mediante el interruptor principal (multi EA en la parte frontal, módulos en la pared posterior de la carcasa) y desenchufar el enchufe de alimentación de red de la toma de corriente.

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

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

4 Configuración

4.1 Vista general

El analizador multi EA 4000 tiene una construcción modular. El equipo base (unidad de atomización) se combina dependiendo de la tarea con uno o varios módulos detectores:

- Equipo base
- Módulo de carbono y/o azufre (módulo de C/S)
- Módulo de cloro (módulo de Cl)
- Módulo de sólidos de TIC (automático o manual)

Es posible cambiar de una determinación de C/S a Cl sin tener que cambiar las conexiones eléctricas y neumáticas. El tubo de cerámica se sustituye por un tubo de atomización de vidrio de sílice.

El transporte de las muestras al horno de atomización se realiza

- automáticamente con el cargador de muestras FPG 48 o
- manualmente con un avance manual.

El sistema del equipo puede combinarse con una báscula con interfaz para el ordenador de gestión, que indica automáticamente la cantidad de muestra para el cálculo de los resultados del análisis.

La electrónica de control se encuentra según la configuración básica en un módulo detector.

- En el módulo de C/S, si hay un módulo de C/S conectado
- En el módulo de Cl, si el analizador no está combinado con un módulo de C/S.

El control del analizador y la evaluación de los datos de medición se realizan mediante el software de control y evaluación multiWin, que está instalado en un ordenador externo.

4.2 Equipo base

El equipo base del multi EA 4000 consta de los siguientes componentes principales:

- Sistema de atomización
- Sistema de mangueras/neumático
- Componentes para la limpieza y secado de gas de medición
- Elementos de indicación y de manejo, conexiones

4.2.1 Sistema de atomización

El horno de atomización es un horno horizontal calentado por resistencia para temperaturas de digestión de hasta 1.500 °C. Como reactor se utiliza un tubo de atomización. La alimentación del gas portador y de atomización se realiza mediante una trampa de gas abierta en el interior del tubo de atomización. Como el flujo de gas del gas portador y de atomización es superior al flujo de aspiración del gas de medición, se evita por medio de la sobrepresión producida a la entrada del tubo de atomización que el gas de medición pueda escaparse y/o que el aire ambiente entre en el tubo de atomización.

El tubo de atomización para la determinación de C/S está hecho de una cerámica especial de alta temperatura (HTC, High Temperatur Ceramic). Ésta es muy robusta, resistente a la corrosión y con poco desgaste. Gracias a la tecnología de HTC se pueden digerir muestras a temperaturas de hasta 1.500 °C sin catalizadores. Para matrices especialmente complicadas, se puede aumentar la temperatura de atomización con aumentos especiales a 1.800 °C (uso del efecto exotérmico).

Como tubo de atomización para la determinación de Cl se utiliza un tubo de vidrio de sílice. Es químicamente inerte frente al HCl y evita la obtención de resultados de inferior calidad y efectos memoria en el análisis.

El sistema de atomización está equipado con un control de temperatura que supervisa el calentamiento del horno, mantiene la temperatura al valor deseado y evita el sobrecalentamiento.



Horno horizontal



Trampa de gas abierta

Fig. 1 Horno horizontal del equipo base multi EA 4000

4.2.2 Sistema de mangueras/neumático

Sistema de mangueras

La conexión entre los componentes individuales del equipo base y con los módulos de análisis se realiza mediante un sistema de mangueras. Observar la construcción del sistema de mangueras con las correspondientes configuraciones de módulos del apartado "Nueva puesta en marcha después de un transporte o almacenamiento" pág. 130 y ss.

Regulación de los flujos de gas

La regulación de los flujos de gas para el gas portador y el gas de atomización se realiza mediante flujómetros ajustables manualmente en la parte frontal del equipo base.

Una bomba aspirante integrada se encarga del flujo estable del gas de medición a través del detector. El flujo de aspiración necesario se ajusta con la válvula del flujómetro "pump".

La bomba y los flujos de gas se conectan automáticamente si el programa multiWin está encendido y la temperatura real del horno de atomización varía menos de 50 K de la temperatura teórica. Si la temperatura real varía más de 50 K de la temperatura teórica, la bomba y los flujos de gas se desconectan automáticamente.

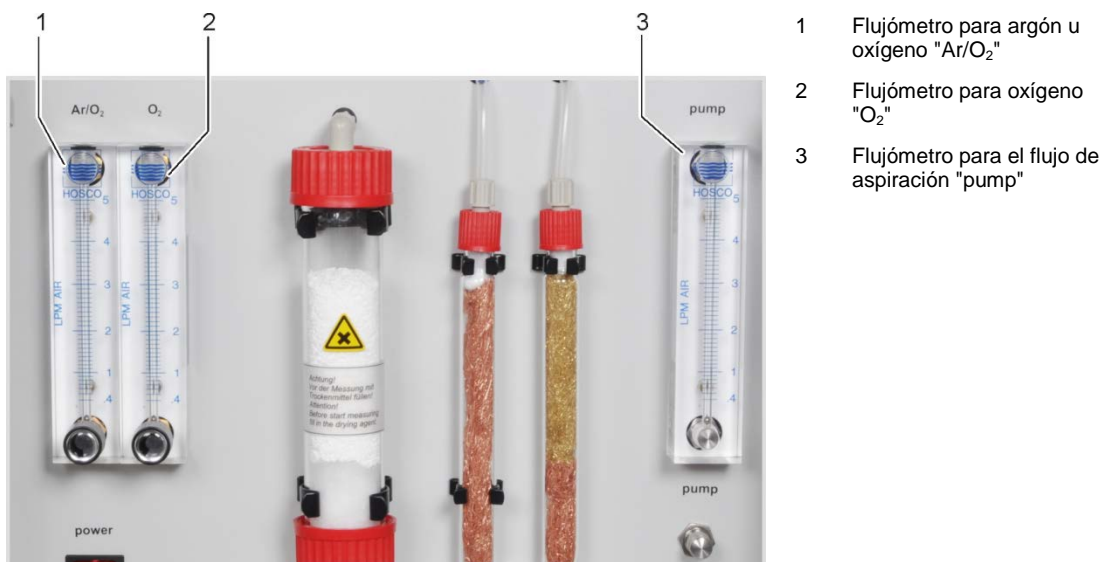


Fig. 2 Fluómetros del equipo base multi EA 4000

4.2.3 Componentes para la limpieza y secado de gas de medición

Trampa de polvo para determinaciones de C/S

La trampa de polvo está colocada directamente en el tubo de atomización de cerámica. En ésta se sedimentan los polvos de la atomización. Las partículas de mayor tamaño en el flujo de gas chocan contra una placa colocada en perpendicular al flujo de gas y caen hacia abajo.

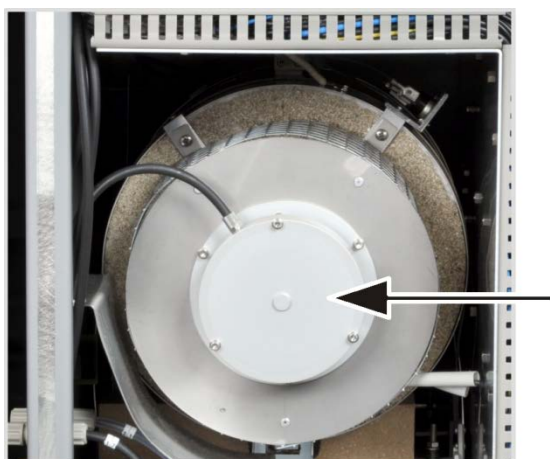


Fig. 3 Trampa de polvo en el horno de atomización

Tubo de secado y trampa de halogenuro para determinaciones de C/S

Para el secado del gas de medición en determinaciones de C/S, el tubo de secado está montado en el recorrido del gas, relleno con perclorato de magnesio como secante.

Para una eliminación más completa de los componentes perturbadores del gas de medición así como para proteger a los detectores y al flujómetro, se ha montado una trampa de halogenuro (tubo en U) en el equipo base. El tubo en U está relleno con lana de cobre y

lana de latón especiales El relleno de la trampa de halogenuro debe renovarse como máximo cuando la mitad de la lana de cobre o de la lana de latón hayan cambiado de color.

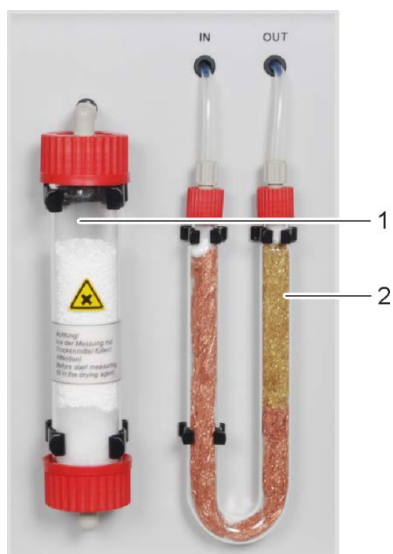


Fig. 4 Tubo de secado y trampa de halogenuro

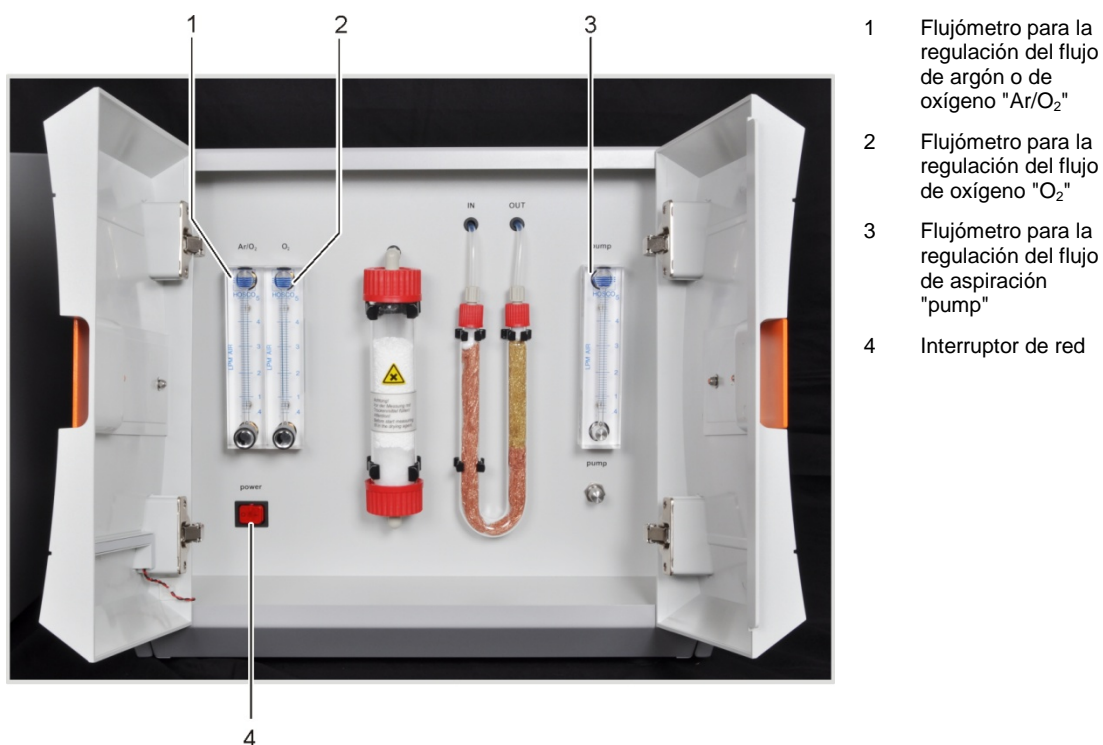
4.2.4 Elementos de indicación y de manejo, conexiones

El LED verde situado en la puerta izquierda del analizador se enciende tras conectar el analizador.



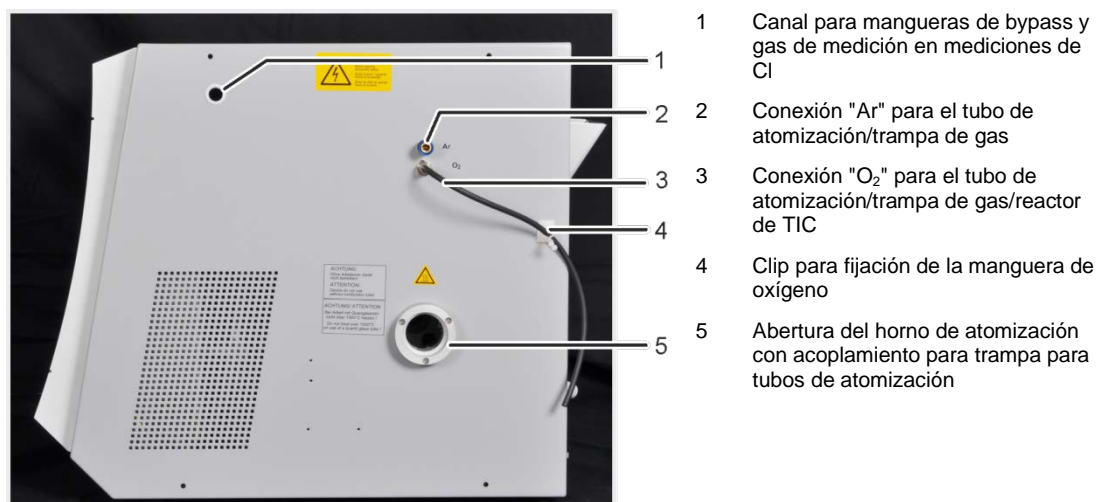
Fig. 5 Lámpara de estado del equipo base multi EA 4000

Detrás de las puertas frontales se encuentran el interruptor de red y los flujómetros para la regulación manual de los flujos de gas.



- 1 Flujómetro para la regulación del flujo de argón o de oxígeno "Ar/O₂"
- 2 Flujómetro para la regulación del flujo de oxígeno "O₂"
- 3 Flujómetro para la regulación del flujo de aspiración "pump"
- 4 Interruptor de red

Fig. 6 Elementos de control detrás de las puertas frontales del multi EA 4000



- 1 Canal para mangueras de bypass y gas de medición en mediciones de Cl
- 2 Conexión "Ar" para el tubo de atomización/trampa de gas
- 3 Conexión "O₂" para el tubo de atomización/trampa de gas/reactor de TIC
- 4 Clip para fijación de la manguera de oxígeno
- 5 Abertura del horno de atomización con acoplamiento para trampa para tubos de atomización

Fig. 7 Conexiones del lado derecho del multi EA 4000

En la parte posterior del multi EA 4000 se encuentran las entradas de gas para la alimentación de oxígeno y argón, las conexiones para la conexión con el módulo de C/S o de Cl, así como el cable de alimentación de red.

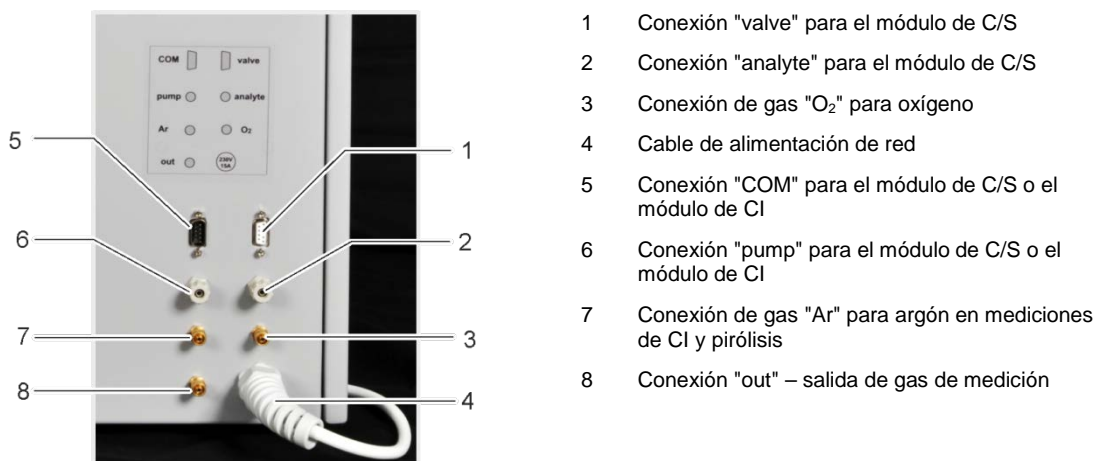


Fig. 8 Conexiones de la parte posterior del multi EA 4000

4.3 Módulo de C/S

Variantes del módulo de C/S

El módulo detector de C/S está disponible en tres variantes:

- El módulo de C/S con detectores de CO₂ y SO₂ para la determinación simultánea de carbono y azufre
- El módulo de C con detector de CO₂ para la determinación de carbono
- El módulo de S con detector de SO₂ para la determinación de azufre

En el módulo de C/S se encuentra siempre la electrónica de control.

Detectores

Los detectores NDIR (detector de absorción de infrarrojos no dispersos) se encuentran detrás de la pared lateral derecha del analizador.

Los gases con moléculas de átomos no similares poseen en el rango de longitud de onda infrarrojo bandas de absorción específicas. Si se envía un haz de luz a través de una disposición de cubetas, que contiene gases en el rango activo de infrarrojos, los componentes de los gases absorben en sus longitudes de onda características una parte proporcional de la radiación completa, según su proporción de concentración en la mezcla de gas.

Los detectores instalados en el módulo de C/S son selectivos para CO₂ y SO₂.

Procesamiento de los valores de medición con el procedimiento VITA

Las moléculas de CO₂/SO₂ se registran técnicamente tanto tiempo como permanezcan en la cubeta del detector de NDIR. Debido a fluctuaciones en el flujo del gas de medición durante la medición de CO₂/SO₂, las moléculas de CO₂/SO₂ son registradas espectrométricamente por un tiempo más largo (flujo de gas menor) o por un tiempo más corto (flujo de gas mayor).

Con el procedimiento VITA (integración dependiente del tiempo de permanencia para los análisis de TOC), el flujo de gas de medición se registra paralelamente a la señal de NDIR. Las oscilaciones de corriente que surjan se compensan por normalización controlada por ordenador de la señal de NDIR a una corriente de gas constante y después se efectúa la integración.

Para el registro del flujo del gas de medición se ha colocado un flujómetro reotécnico situado inmediatamente al lado del detector de NDIR.

Control del flujo de gas

Un flujómetro supervisa el flujo de aspiración necesario y los valores se registran en el software. Las desviaciones del valor deseado permitido se visualizan y el flujo de aspiración puede corregirse en la válvula del flujómetro "pump" del equipo base multi EA 4000 (3 en Fig. 6). Durante una medición se utilizan los valores para la corrección integral a través del procedimiento VITA.

Conexiones

El LED verde de la parte frontal del módulo de C/S se ilumina al encender el módulo. En la parte posterior se encuentran el interruptor de red con entrada de red y el portafusibles, las conexiones para conectar el equipo base y los módulos adicionales, así como las entradas y salidas para los flujos de gases de medición.

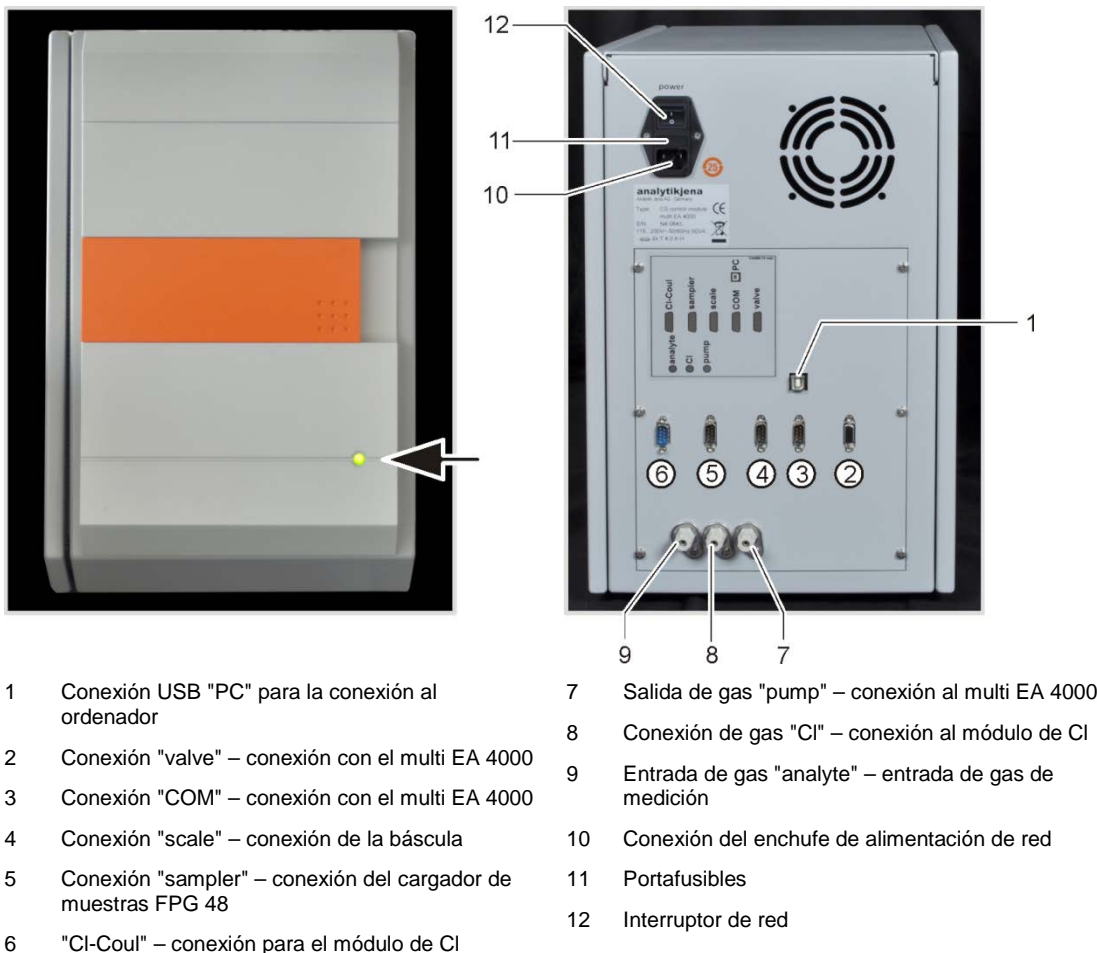


Fig. 9 Indicadores y conexiones en el módulo de C/S

4.4 Módulo de Cl

El módulo de Cl consta de los siguientes componentes principales:

- Culombímetro de rango amplio para amperometría
- Bloque agitador y de refrigeración las celdas de medición
- Celdas de medición con electrodos
- Recipiente de ácido sulfúrico, dado el caso con salida dividida y recipiente de seguridad
- Válvula dividida
- Recipiente tampón, como compensación de presión para compensar los impulsos de conmutación de la válvula dividida
- Tubo de adsorción
- Trampa de halogenuro

Para el multi EA 4000 Cl, la electrónica de control se encuentra en el módulo de Cl.

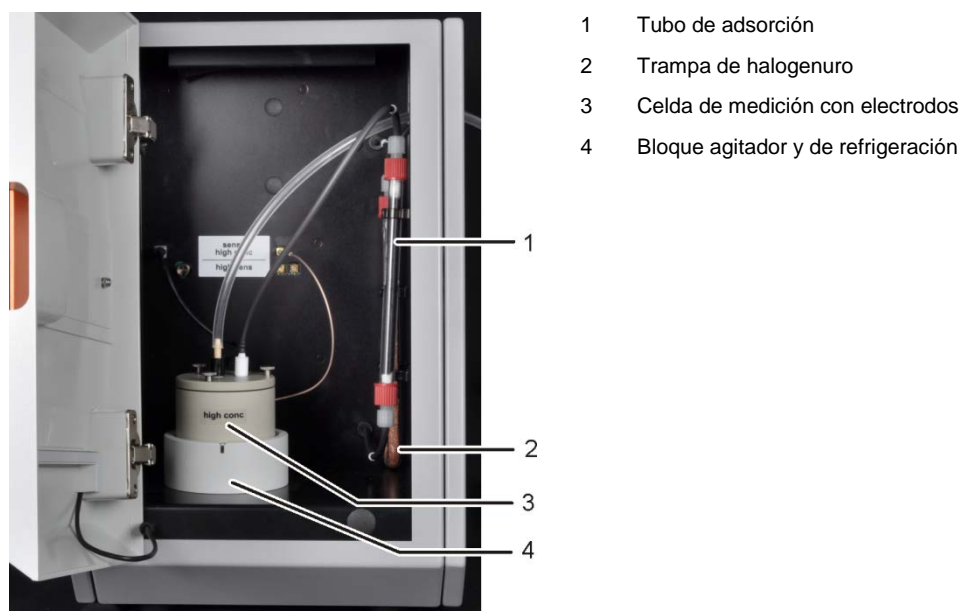


Fig. 10 Módulo de Cl

4.4.1 Grupo constructivo de culombímetro y celda de medición

La celda de medición está disponible en dos versiones:

	Celda de medición "sensitive" de 40 ml	Celda de medición "high concentration" de 150 ml
Volumen de electrolito	Aprox. 20 ml	Aprox. 120 ml
Rango de medición – Cl absoluto (sin división del gas de medición)	1 – 100 µg	10 – 1.000 µg
Rango de medición	1 – 2 mg abs., cloro total	10 µg – 20 mg abs.,

(con división del gas de medición)		cloro total
Principio de agitado	Agitado magnético	Agitado magnético
Principio de indicación	Biamperometría de corriente alterna	Biamperometría de corriente alterna
Principio de generación	Resolución plateada anódica	Resolución plateada anódica
Corriente de generador	Dinámica hasta 1 mA	Dinámica hasta 10 mA
Regulación de temperatura a temperatura de trabajo recomendada	18 – 20 °C	18 – 20°C

Construcción de la celda de medición

La celda de medición consta del bloque de electrodos, que recoge la solución de electrolito, y el bloque agitador asignado al módulo. En el fondo del bloque de electrodos se encuentra el ánodo generador en forma de lámina de plata estable. El agitador magnético funciona por encima del ánodo.

La celda se cierra herméticamente con una tapa a través de tres tornillos moleteados. Los dos pasos (perforaciones) de la tapa sirven para sujetar el electrodo combinado y una oliva aspirante. La abertura marcada es para el electrodo combinado amperométrico. La abertura no marcada se utiliza para la inyección directa en la celda de medición o para la conexión de la oliva aspirante.

Al encender el módulo de cloro, la varilla del agitador magnético se pone en movimiento en el recipiente de la celda de medición. La temperatura preajustada de la celda es de 20 °C y se puede modificar en el programa multiWin como método de parámetro.

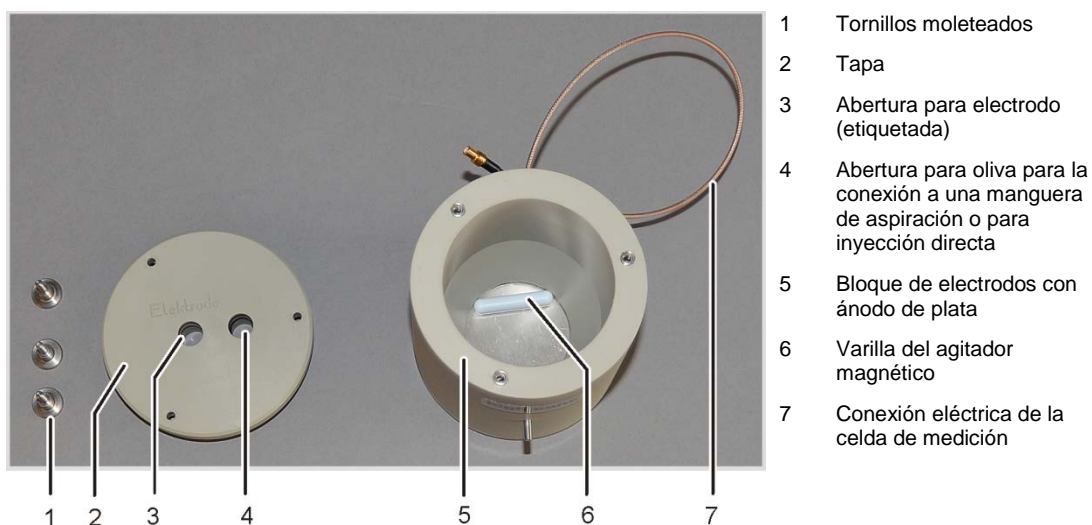


Fig. 11 Construcción de la celda de medición

Electrodo combinado

El electrodo combinado reúne electrodos indicadores (Ag), un cátodo generador (Pt) y una entrada de gas. El ánodo generador se encuentra como chapa redonda de plata en ambos cuerpos base de la celda de medición (véase arriba).

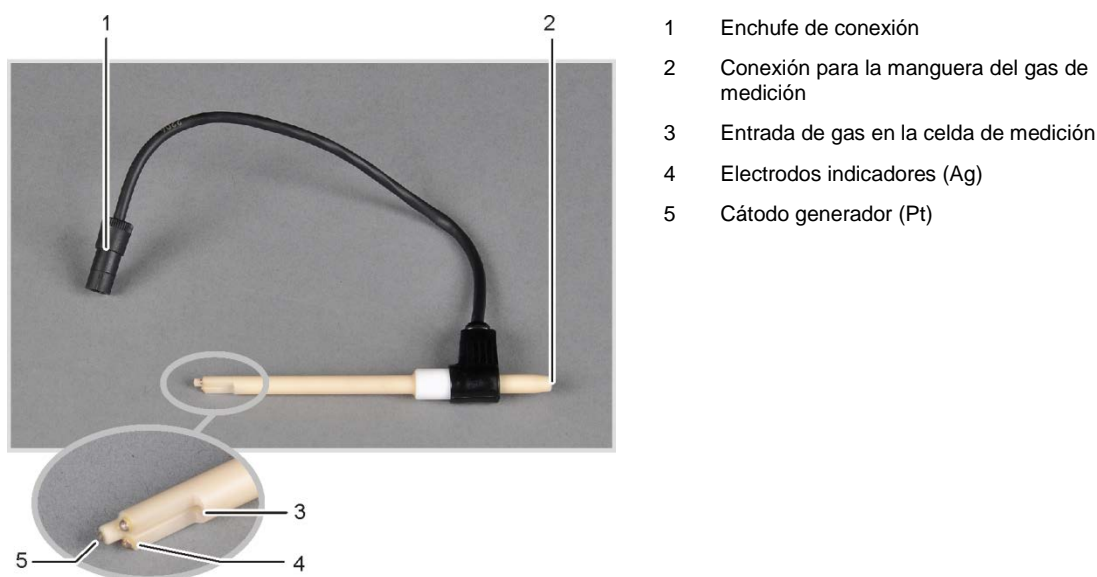


Fig. 12 Electrodo combinado para celda de medición

4.4.2 Tubo de atomización y secado de gas de medición

En la determinación de Cl se utiliza un tubo de vidrio de sílice como tubo de atomización. La alimentación de oxígeno para la atomización se realiza a través de un bypass en el tubo de vidrio de sílice. El gas de medición se aspira en la boquilla lateral del tubo de vidrio de sílice y se alimenta al módulo de Cl a través del secado. La trampa de gas alimentada con argón evita que el gas de medición salga de la entrada del tubo de atomización. El extremo del tubo de atomización está bloqueado con lana de vidrio de sílice para evitar que entre polvo en el sistema de mangueras del multi EA 4000.

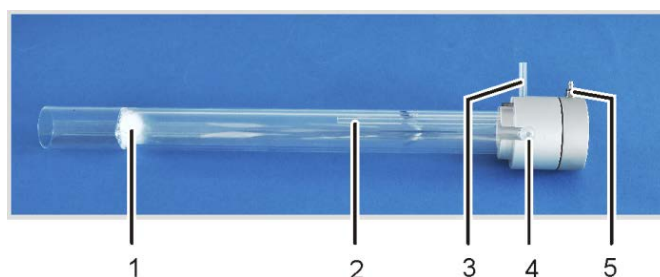


Fig. 13 Tubo de atomización de vidrio de sílice con trampa de gas

El cloruro de hidrógeno (HCl) posee una gran afinidad con el agua y se disuelve en su condensación. Este comportamiento provoca resultados de inferior calidad y efectos memoria en el análisis. Para evitar una condensación, el gas de medición debe ser secado inmediatamente al salir del tubo de atomización. Como secante se utiliza ácido sulfúrico concentrado. Según el método se usan dos recipientes especiales de ácido sulfúrico con o sin división del gas de medición.

Al utilizar el recipiente de ácido sulfúrico con salida dividida se monta un recipiente de seguridad adicional en el recorrido del gas. Este recoge el ácido sulfúrico que, bajo circunstancias, se extrae del recipiente de ácido sulfúrico.

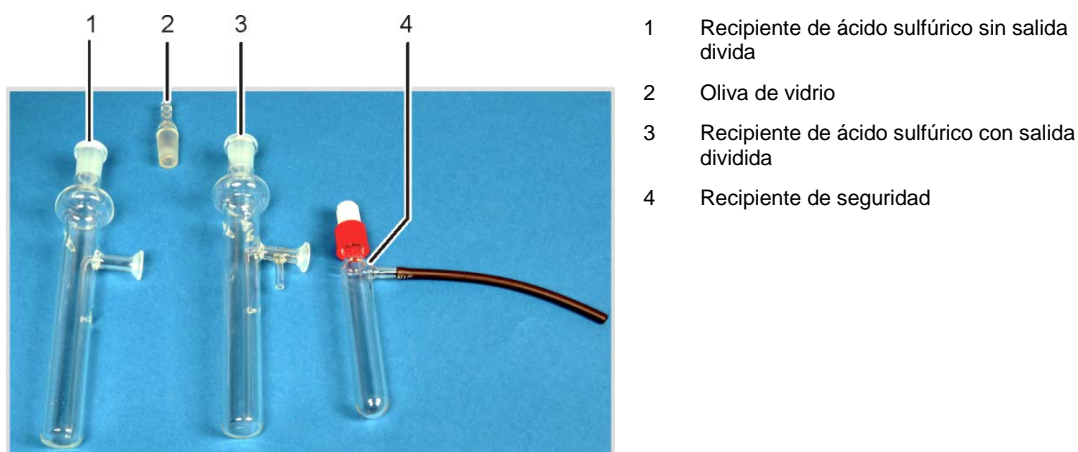


Fig. 14 Recipientes de ácido sulfúrico para el secado de gas de medición

4.4.3 Limpieza de gas de medición

Trampa de halogenuro

En el funcionamiento con división, todo el gas de medición de la cámara de atomización se distribuye en una proporción definida. Para el análisis, a la celda de medición llega sólo una porción del gas de medición para poder determinar también altas concentraciones de cloro. La parte rechazada del gas de medición se conduce a través de la trampa de halogenuro al módulo de Cl para eliminar el HCl del flujo de gas y proteger a la válvula dividida y la bomba aspirante de la corrosión.

Tubo de adsorción

El gas aspirado de la celda de medición se conduce a través del tubo de adsorción. De este modo se eliminan los vapores de ácido acético procedentes del electrolito. Como adsorbente se utiliza carbón activado.

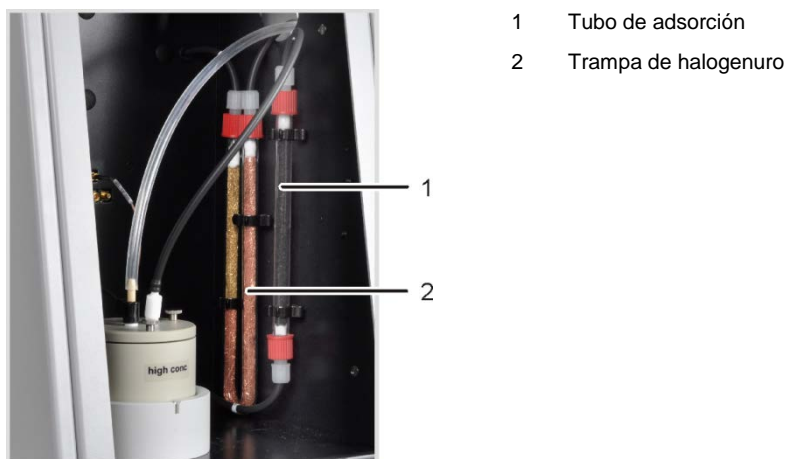


Fig. 15 Trampa de halogenuro y tubo de adsorción en el módulo de Cl

4.4.4 Conexiones

El LED verde de la parte frontal del módulo de CI se ilumina al encender el módulo.

Dependiendo del equipamiento del multi EA 4000, con o sin módulo de C/S, en la parte posterior se encuentran las conexiones para conectar el módulo de C/S o el equipo base y el cargador de muestras. Además, en la parte posterior de la puerta de salida se encuentra el bypass en el funcionamiento dividido.

Las mangueras para la alimentación de gas de medición y el bypass se conducen a través del canal en el equipo base, y mediante la abertura en la pared derecha del equipo en el módulo de cloro.

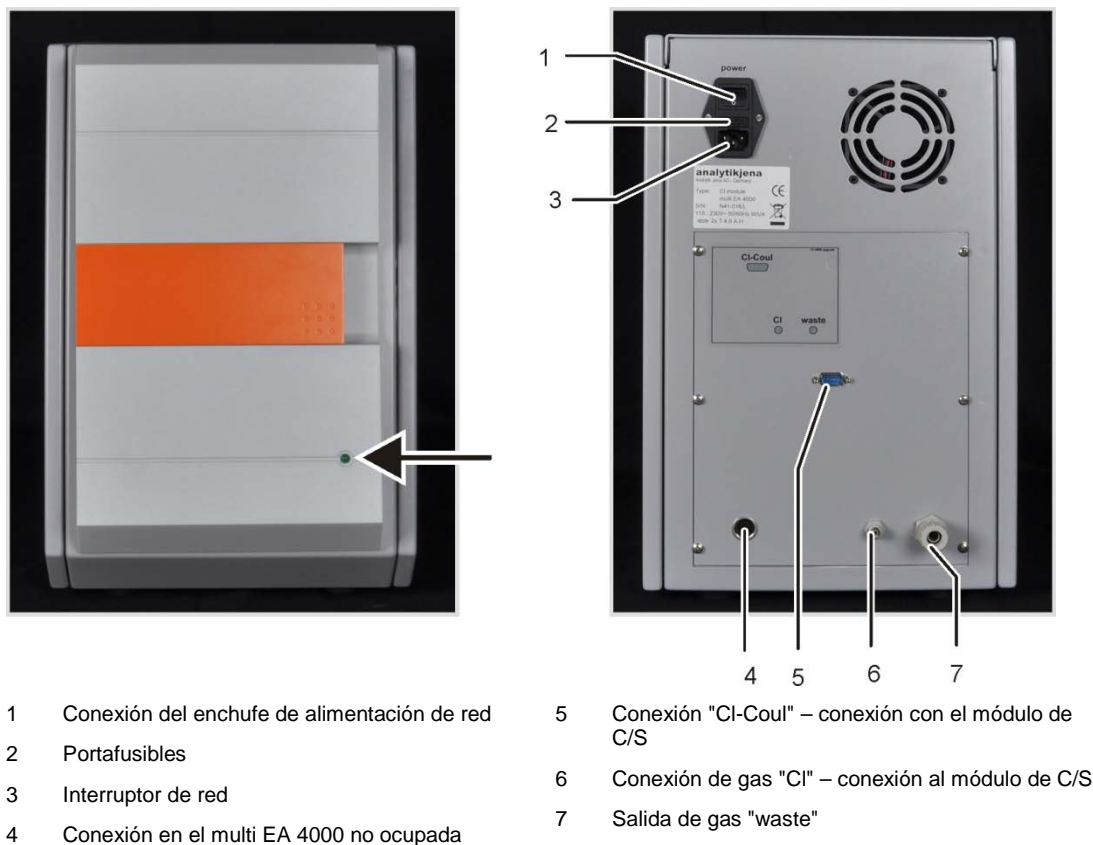


Fig. 16 Conexiones del módulo de CI en combinación con un módulo de C/S

Nota:

Si no se ha instalado ningún módulo de C/S, el módulo de CI dispone en la parte posterior de varias interfaces para la comunicación con el multi EA 4000 y el cargador de muestras. La disposición de las interfaces se describe en el apartado "Colocación del multi EA 4000 CI" pág. 133.

Las conexiones eléctricas para la celda de medición y el electrodo combinado se encuentran en la pared interior posterior del equipo.

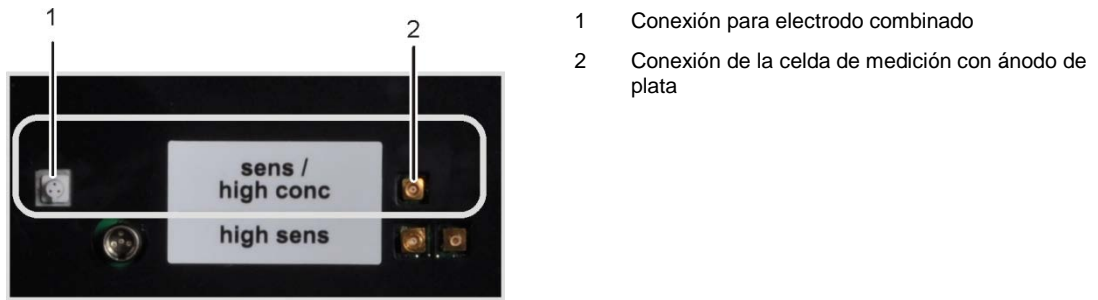


Fig. 17 Conexiones para la celda de medición coulombimétrica en la pared interior del módulo de Cl

4.5 Módulo de sólidos de TIC automático

El módulo de sólidos de TIC automático complementa al multi EA 4000 para la determinación del TIC (TC, TOC) en sólidos. Mediante acidulación y purga, se transporta el dióxido de carbono formado al detector de NDIR del multi EA 4000. Los siguientes modos de análisis son posibles:

- Determinación de TIC
- Determinación de TOC según el método diferencial
- Determinación de TOC según el método directo

El módulo de sólidos de TIC automático es únicamente apropiado para el funcionamiento automático en combinación con el multi EA 4000 C o el multi EA 4000 C/S y el cargador de muestras FPG 48.

El módulo de sólidos de TIC automático consta de los siguientes componentes:

- Reactor de TIC
- Bomba de ácido fosfórico
- Componentes para la limpieza y secado de gas de medición
- Conexiones

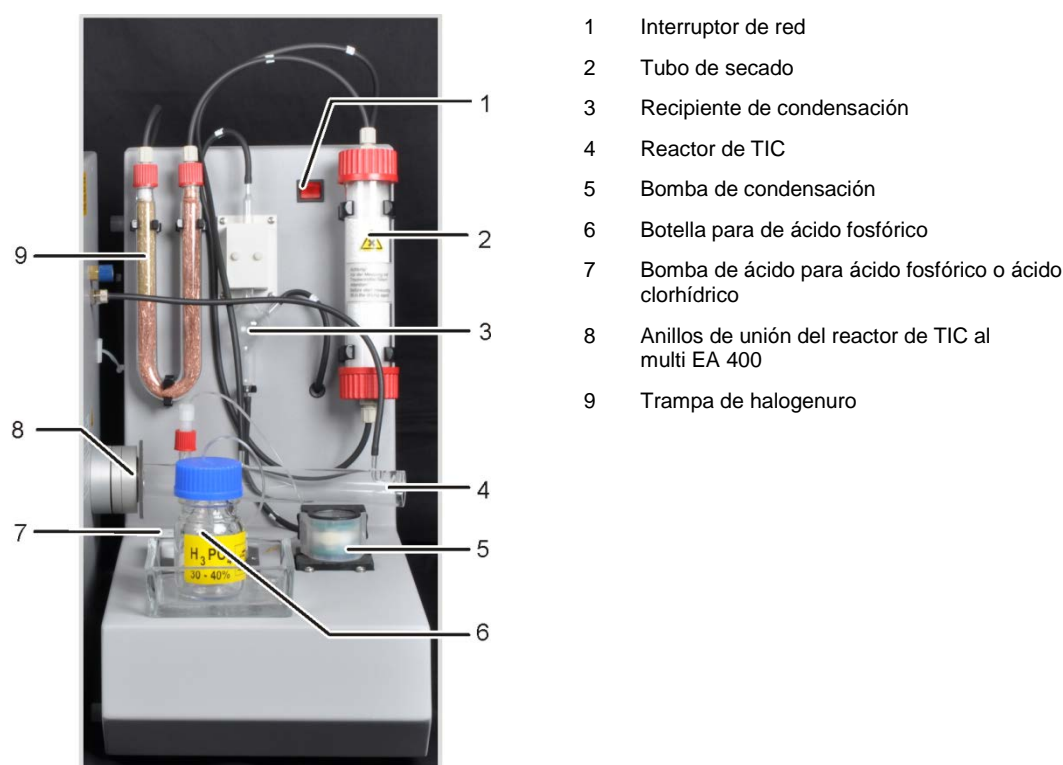


Fig. 18 Módulo de sólidos automático de TIC

4.5.1 Características técnicas

Datos generales

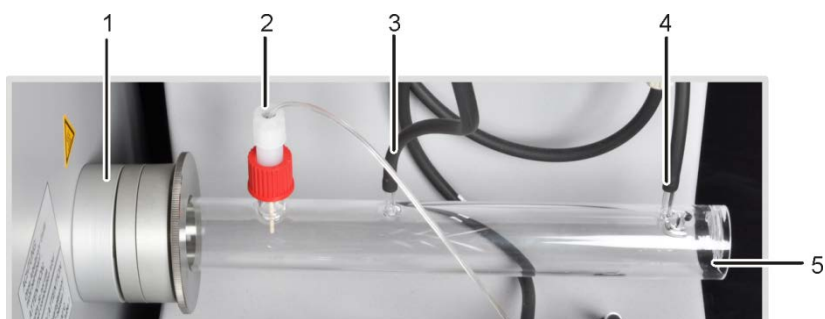
Nombre/tipo	Módulo de sólidos automático de TIC
Medidas	300 x 500 x 550 mm

	Cargador de muestras: 520 x 500 x 700 mm
Peso	Aprox. 5 kg
Datos de funcionamiento	
Procedimiento de medición	TIC
Detección	NDIR (combinado con el procedimiento VITA)
Cantidad de muestra	Hasta 3.000 mg (TC) o 50 mg (TIC)
Parámetros eléctricos	
Conexión	110 – 230 V CA 50/60 Hz
Fusible	T 2 A H
Consumo de energía medio	20 VA
Interfaz para módulo de C/S	RS 232

4.5.2 Construcción

Reactor de TIC

El tubo de vidrio de sílice se monta con un acoplamiento en el tubo de atomización de cerámica. Un anillo grafilado con rosca de tornillo sujeta el reactor de TIC y obtura la conexión con presión sobre los anillos obturadores interiores. En el reactor se encuentran las conexiones para la alimentación de ácido, la salida del gas de medición y la entrada de oxígeno. Mediante la alimentación de oxígeno en la entrada del reactor se crea una trampa de gas, que evita que salga gas de medición a través de la entrada abierta. Las navéculas de cerámica cargadas con muestras se transportan al reactor mediante el cargador de muestras FPG 48 especialmente ajustado.



- | | | | |
|---|--|---|---|
| 1 | Soporte en el multi EA 4000 | 4 | Entrada para la alimentación de oxígeno |
| 2 | Alimentación del ácido a través de la cánula de cerámica | 5 | Inserción para navéculas de cerámica |
| 3 | Salida del gas de medición | | |

Fig. 19 Reactor de TIC

Sistema de mangueras/neumático

La conexión entre los componentes individuales se realiza por medio de las mangueras identificadas. El plan de mangueras se encuentra en el apartado "Colocación del módulo de sólidos automático de TIC" pág. 140.

Para la alimentación del ácido fosfórico y la eliminación de la condensación se utilizan bombas de manguera. La bomba de ácido fosfórico transporta ácido fosfórico del 40% al reactor de TIC. Mientras que la navécula de muestras se desplaza de forma continua a

través del cargador de muestras FPG 48 en dirección al multi EA 4000, la muestra se mezcla homogéneamente con el ácido fosfórico. Después de cada medición, la condensación procedente del secado de gas de medición se extrae automáticamente a través de la bomba de condensación.

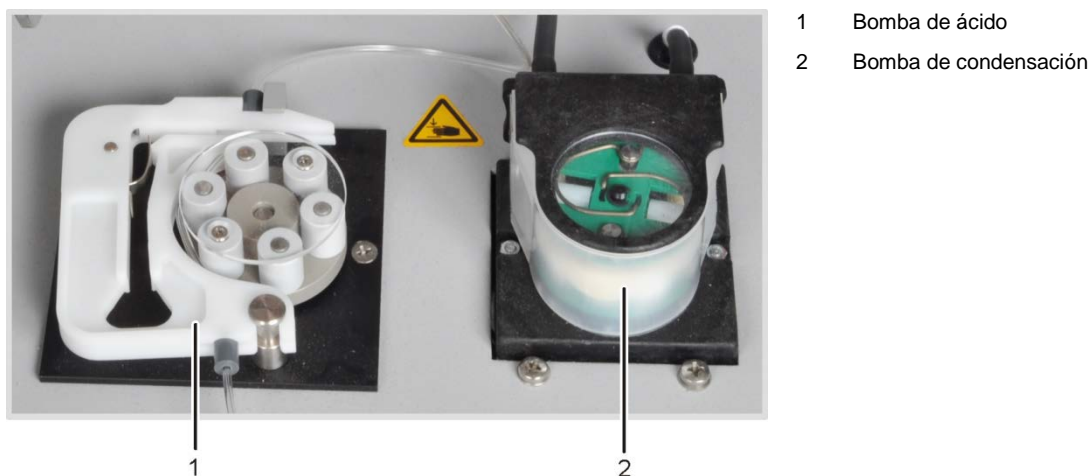


Fig. 20 Bombas de manguera en el módulo de sólidos automático de TIC

Componentes para la limpieza y secado de gas de medición

El gas de medición se conduce del reactor al serpentín de condensación, que está fijado al lado posterior del módulo de sólidos automático de TIC. El gas de medición se refrigera rápidamente en el serpentín de condensación y condensa el vapor de agua. La mezcla agua-gas de medición se conduce a través de una manguera al separador de gas-líquido, que consta de un recipiente de condensación y un bloque de refrigeración con elemento Peltier.

El gas de medición es transportado al recipiente de condensación a través de la entrada lateral. El secado del gas de medición se realiza mediante congelación en el bloque de refrigeración. El gas de medición seco se conduce a través de la conexión superior hacia afuera del recipiente de condensación. Después de cada medición, la bomba de condensación bombea automáticamente la condensación al recipiente de desechos.

El gas de medición es conducido finalmente a través del tubo de secado relleno con perclorato de magnesio. De este modo finaliza el secado.

Para una eliminación más completa de los componentes perturbadores del gas de medición así como para proteger a los detectores y al flujómetro en el módulo de C/S, se ha montado una trampa de halogenuro (tubo en U) en el recorrido de gas detrás del secado de gas de medición. El tubo en U está relleno con lana de cobre y lana de latón especiales. El relleno de la trampa de halogenuro debe renovarse como máximo cuando la mitad de la lana de cobre o de latón haya cambiado de color.



- | | | | |
|---|--|---|---------------------------|
| 1 | Trampa de halogenuro | 4 | Tubo de secado |
| 2 | Recipiente de condensación | 5 | Serpentín de condensación |
| 3 | Bloque de refrigeración con elemento Peltier | | |

Fig. 21 Secado y limpieza de gas de medición en el módulo de sólidos automático de TIC

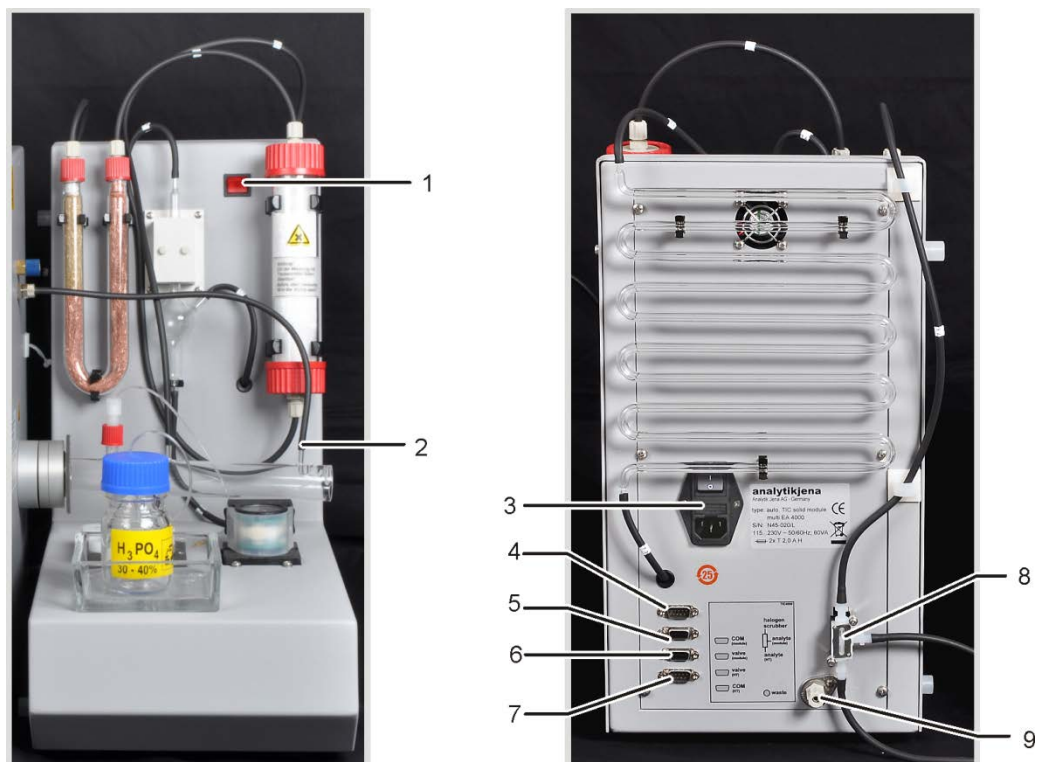
Se ha colocado una trampa de polvo entre la válvula inversora de la parte posterior del módulo de sólidos automático de TIC y la entrada de gas de medición del módulo de C/S.



Fig. 22 Trampa de polvo delante de la entrada del gas de medición del módulo de C/S

Conexiones

Las conexiones se encuentra en la parte posterior del módulo de sólidos automático de TIC.



- | | | | |
|---|---|---|--|
| 1 | Interruptor de red | 6 | Conexión "valve HT" para la conexión al multi EA 4000 |
| 2 | Conexión de gas para oxígeno en el reactor de TIC | 5 | Conexión "COM HT" para la conexión al multi EA 4000 |
| 3 | Módulo de entrada de red con interruptor de red y portafusibles | 8 | Válvula inversora |
| 4 | Conexión "COM module" para la conexión al módulo de C/S | 9 | Conexión para la manguera de desechos para desviar la condensación |
| 5 | Conexión "valve module" para la conexión al módulo de C/S | | |

Fig. 23 Conexiones en el módulo de sólidos automático de TIC



IMPORTANTE

El módulo de sólidos automático de TIC está equipado con dos interruptores de red. Como el interruptor del módulo de entrada de red, bajo el serpentín de condensación, es de difícil acceso, existe otro en la parte frontal. Ambos interruptores de red deben estar encendidos durante el funcionamiento. Para apagar el equipo es suficiente con apagar el interruptor de la parte frontal.

4.6 Módulo de sólidos manual de TIC

El módulo de sólidos manual de TIC permite la determinación de TIC en sólidos en conexión con el multi EA 4000 C o el multi EA 4000 C/S. La acidulación de las muestras y la expulsión del TIC se realizan a altas temperaturas. El gas de medición es impulsado con el gas portador al detector del módulo de C/S.

El módulo de sólidos manual de TIC sólo ha sido diseñado para la alimentación manual de muestras. No es posible su automatización con un cargador de muestras.

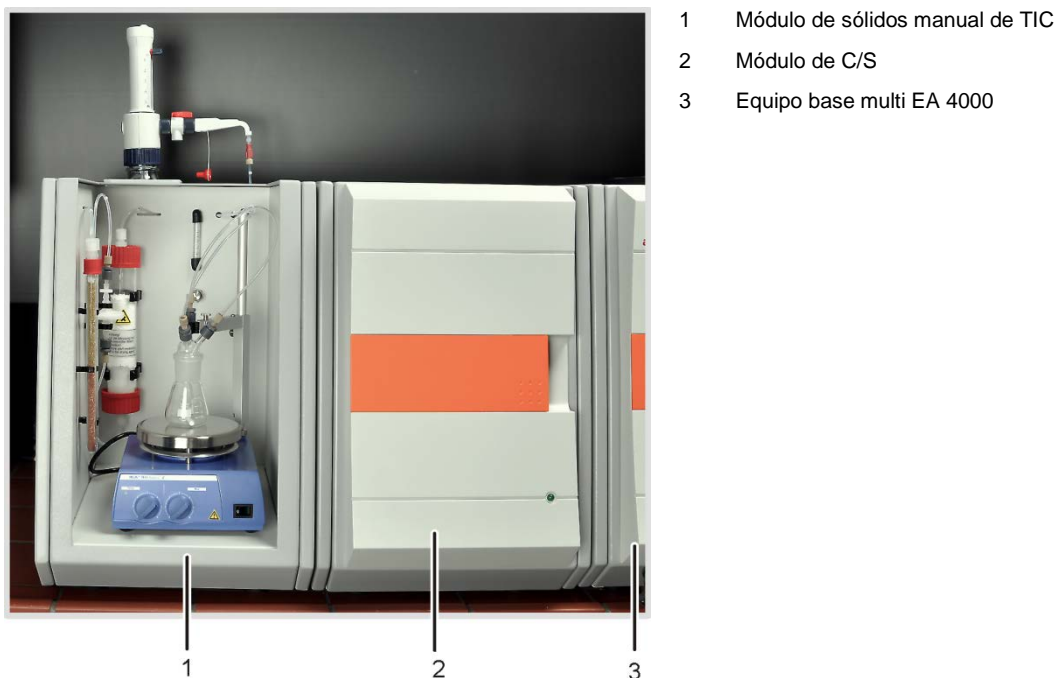


Fig. 24 Módulo de sólidos manual de TIC

4.6.1 Características técnicas

Datos generales	
Nombre/tipo	Módulo de sólidos manual de TIC
Medidas	300 x 500 x 550 mm
Peso	Aprox. 10 kg
Datos de funcionamiento	
Procedimiento de medición	TIC
Detección	NDIR (combinado con el procedimiento VITA)
Cantidad de muestra	Hasta 3.000 mg
Alimentación de gas	Oxígeno mín. de 2,5 2 – 4 bar
Parámetros eléctricos	
Conexión	230 V CA (+ 10%, -15%), 50/60 Hz
Fusible	T 16 A H
Consumo de energía medio	3.700 VA

4.6.2 Construcción del módulo de sólidos manual de TIC

Cámara de reacción de TIC

Como reactor se utiliza un matraz de Erlenmeyer de 50 ml sobre el que se coloca una cabeza de TIC con tres conexiones para la alimentación de ácido fosfórico, la alimentación de oxígeno como gas portador y la salida del gas de medición.

Un agitador magnético con superficie de trabajo calentada se encarga de mezclar bien la muestra con el ácido añadido y la calienta un poco para acelerar la reacción.

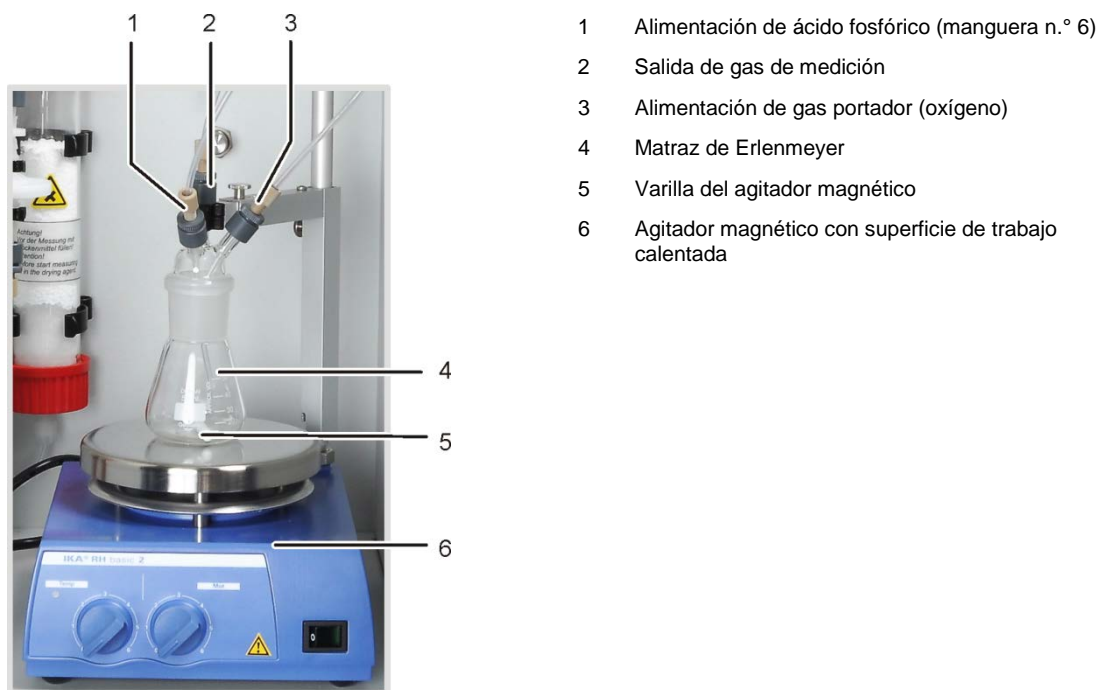


Fig. 25 Reactor de TIC del módulo de sólidos manual de TIC

Ajuste del flujo del gas portador

El ajuste del flujo del gas portador se realiza a través de la válvula de aguja "O2" con la probeta graduada de la pared posterior del módulo de sólidos manual de TIC.

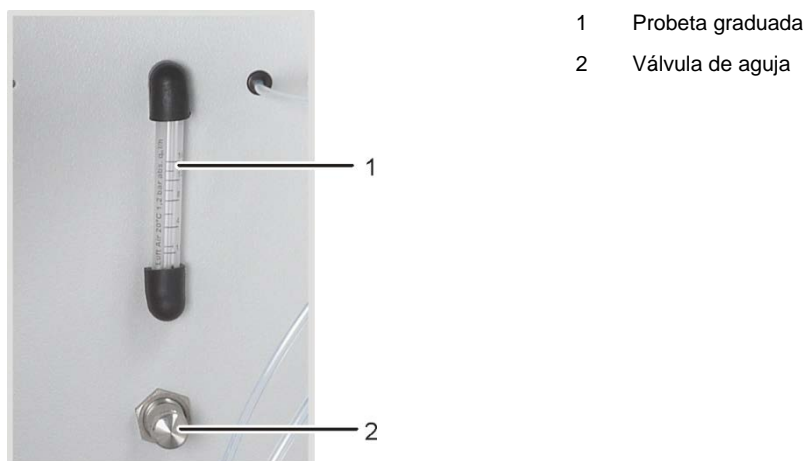


Fig. 26 Flujómetro para el flujo de oxígeno

Alimentación de ácido

El ácido se dosifica manualmente con la bomba dosificadora. La manguera para la alimentación de ácido para el reactor está conectada con una válvula a la bomba dosificadora. La válvula en el grifo de la bomba dosificadora debe conectarse detrás de la alimentación de ácido para el reactor. Así se evita que el ácido sea aspirado accidentalmente en el analizador.

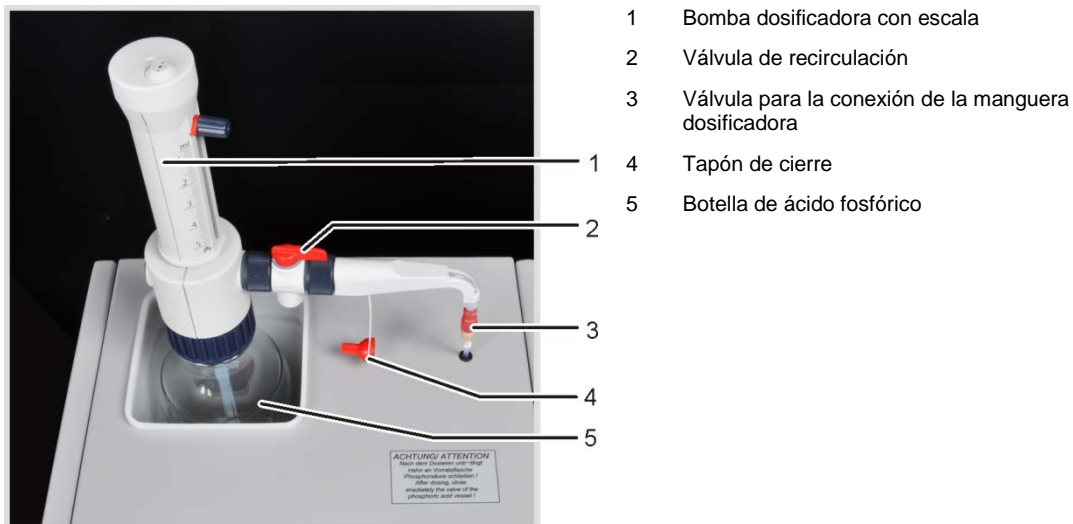


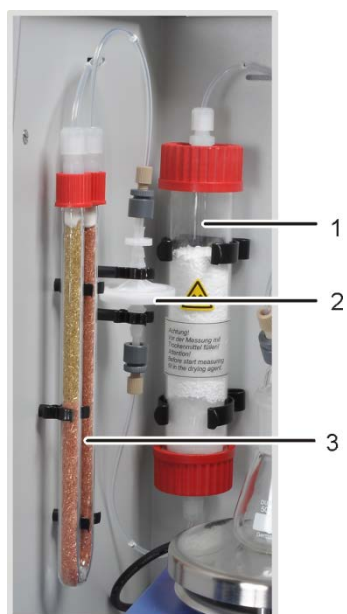
Fig. 27 Bomba dosificadora para ácido en el módulo de sólidos manual de TIC

Secado y limpieza de gas de medición

Justo detrás del reactor está montado el tubo de secado en el recorrido del gas, relleno con perclorato de magnesio como secante.

Al cartucho desecante le siguen dos trampas de agua. La trampa de agua grande (prefiltro de TC) retiene los aerosoles durante el funcionamiento del sistema, y la trampa de agua pequeña (filtro de retención desechable) retiene el agua ascendente.

Para una eliminación más completa de los componentes perturbadores del gas de medición así como para proteger a los detectores y al flujómetro, se utiliza una trampa de halógeno en el módulo de C/S. El tubo en U de la trampa de halógeno está relleno con lana de cobre y lana de latón especiales. El relleno de la trampa de halógeno debe renovarse como máximo cuando la mitad de la lana de cobre o de la lana de latón hayan cambiado de color.



- 1 Tubo de secado
- 2 Trampas de agua
- 3 Trampa de halogenuro

Fig. 28 Componentes para el secado y limpieza de gas de medición en el módulo de sólidos manual de TIC

Conexiones



- 1 Módulo de entrada de red con interruptor de red y portafusibles
- 2 Salida de gas de medición "analyt"
- 3 Conexión para el gas portador "O₂"

Fig. 29 Conexiones en el módulo de sólidos manual de TIC

4.7 Otros accesorios opcionales

4.7.1 Cargador de muestras

Para el multi EA 4000 existen dos variantes para la alimentación de muestras:

- El cargador de muestras sólidas FPG 48
- El avance manual

Cargador de muestras FPG 48

El cargador de muestras FPG 48 ofrece espacio para 48 navecillas de muestras. Las navecillas son recogidas automáticamente de las bandejas y transportadas al horno de atomización. El avance para el transporte está controlado por ordenador. Dependiendo de la carga, las navecillas vuelven a ser colocadas en el cargador de muestras después de la medición o eliminadas, una vez enfriadas, en un contenedor de desechos.

En los análisis en el tubo de atomización de vidrio de sílice (mediciones de Cl), el FPG 48 se puede combinar con un sensor de llama.

Avance manual

El avance manual es un dispositivo robusto que permite desplazar en línea recta el gancho de cerámica con la navecilla de muestras al horno de atomización. Con la alimentación de muestras manual debe observarse que con muestras altamente reactivas, el transporte al tubo de atomización se realice de forma lenta y controlada.

4.7.2 Sensor de llama

Para las determinaciones de Cl puede combinarse un sensor de llama con el cargador de muestras FPG 48 de forma opcional. Con el sensor de llama, la atomización con muestras altamente reactivas en el tubo de vidrio de sílice se registra ópticamente y el avance de la navecilla se controla según la luminosidad de la llama.

4.7.3 Báscula

Para la transferencia automática de cantidades para el cálculo de los resultados del análisis puede conectarse una báscula. Las muestras deben pesarse según las indicaciones del programa. Las masas determinadas se transfieren automáticamente a la tabla de muestras.

5 Procedimiento de medición

Con en analizador multi EA 4000 se pueden determinar los siguientes parámetros como parámetros de suma.

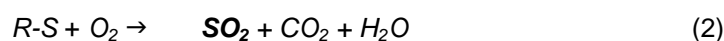
- TS – azufre total (Total Sulfur)
- TC – carbono total (Total Carbon)
- TCl – cloro total (Total Chlorine)
- TOC - carbono orgánico total (Total Organic Carbon)
- TIC – carbono inorgánico total (Total Inorganic Carbon)
- EC – carbono elemental (Elemental Carbon)
- TC-EC Determinación de carbono mediante pirólisis
- AOC – carbono orgánico biodegradable

En el software de control y evaluación multiWin se puede combinar la determinación de diferentes parámetros.

5.1 Análisis de TC/TS

El multi EA 4000 con módulo de C/S es un sistema especial para la determinación simultánea e individual de carbono total y azufre total en muestras sólidas y pastosas a través de oxidación a alta temperatura en un flujo de oxígeno.

Una alícuota de la muestra se pesa con precisión en una navecilla de atomización y transporta totalmente a la zona caliente del horno. Aquí se realizan la descomposición y oxidación de la muestra en el flujo de oxígeno a alta temperatura.



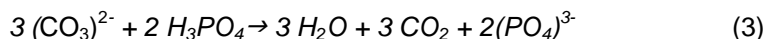
R sustancia que contiene carbono

El gas de medición producido se seca y los halogenuros contenidos se eliminan. El contenido de CO₂/SO₂ en el gas portador se analiza con detectores de NDIR, que son selectivos para CO₂ y SO₂.

5.2 Análisis de TIC

En el análisis de TIC se registra el carbono inorgánico total de carbonatos e hidrocbonatos en muestras sólidas y pulverulentas. El cianuro, cianato, isocianato y partículas de carbono no son registrados.

Para la determinación de carbono inorgánico (TIC) se añade ácido a una alícuota de la muestra. De este modo, los carbonatos/hidrocarbonatos contenidos en ésta entran en descomposición. El CO₂ se expulsa y se detecta. No se produce ninguna oxidación térmica.



La digestión de muestras se realiza en un módulo de sólidos de TIC. El gas de medición es detectado en el módulo de C/S.

5.3 Análisis de TOC

En el análisis de TOC se registra el carbono orgánico total contenido en la muestra.

En el multi EA 4000 se puede determinar el contenido de TOC de dos modos:

- Método diferencial
- Método directo

El método directo debe utilizarse si la muestra contiene sustancias orgánicas fácilmente purgables como benceno, ciclohexano, cloroformo, etc. Si la concentración de TIC de la muestra está muy por encima de la concentración de TOC, no se debe utilizar entonces el método diferencial.



IMPORTANTE

Para el análisis de TOC con el módulo de sólidos automático hay que dar preferencia al método diferencial. De este modo, el tubo de atomización y los detectores no se cargan con ácido.

5.3.1 Método diferencial para el análisis de TOC

El método diferencial se puede realizar utilizando el módulo de sólidos automático de TIC. La muestra se pesa en dos navecillas. Se determinan secuencialmente en dos mediciones el TIC y el TC. La diferencia calculada se muestra como TOC. Con el procedimiento diferencial se registran tanto los compuestos de carbono orgánicos volátiles como los no volátiles.

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{TIC} \quad (4)$$

TOC ... carbono orgánico total

TC ... carbono total

TIC ... carbono inorgánico total

5.3.2 Método directo para el análisis de TOC

Con el módulo de sólidos automático de TIC también puede realizarse directamente la determinación del TIC y del TOC. Después de la expulsión del TIC en el reactor de TIC con **ácido clorhídrico** y la determinación del contenido de TIC, la navecilla de muestras se

transporta al tubo de atomización. Como en el análisis de TC/TS, aquí se realizan la descomposición y la oxidación de la muestra en el flujo de oxígeno a alta temperatura.



PRECAUCIÓN

Para la determinación del TOC con el módulo de sólidos automático de TIC, la muestra debe mezclarse con ácido clorhídrico. Para el análisis de TOC tiene preferencia, por tanto, el método diferencial.

Si no se utiliza el módulo de sólidos automático de TIC, la muestra sólida se mezcla con ácido clorhídrico en la navecilla de atomización para eliminar el oxígeno inorgánico. El CO₂ producido a través de la reacción de los carbonatos se volatiliza. La muestra húmeda mezclada con ácido se seca en el armario de desecación a < 40 °C durante un mínimo de 3 horas, mientras que el sobrenadante de ácido clorhídrico se volatiliza. La muestra así preparada puede examinarse después en el analizador, como en el análisis de TC/TS, respecto al carbono orgánico.



IMPORTANTE

Como el ácido sólo libera CO₂ de los carbonatos e hidrocarbonatos, se registra también el carbono elemental o el carbono de carburo, cianuro, cianato, isocianato y tiocianato como TOC.

5.4 Determinación de carbono mediante pirólisis TC-EC (opcional)

La determinación del contenido de carbono de una muestra se realiza en cuatro etapas en el modo de pirólisis opcional.

La muestra original se pesa en dos navecillas – **navecilla 1 y navecilla 2**.

1. La muestra en la **navecilla 1** se piroliza primero en el flujo de argón. Aquí se desprenden, a la temperatura preseleccionada, las partes volátiles de los compuestos de carbono contenidos. En caso ideal y/o después del tratamiento correspondiente, el carbono elemental (EC) permanece en la navecilla.
2. La porción de carbono (EC) restante en la muestra ya pirolizada se determina mediante atomización en el flujo de oxígeno.
3. La muestra en la **navecilla 2** se pone en el flujo de oxígeno para la determinación del contenido de carbono total (TC).
4. De la diferencia de los dos valores de medición obtenidos (TC y EC) se puede deducir la cantidad de carbono activo o degradable.

5.5 Evaluación de datos en el módulo de C/S

5.5.1 Modo de calibración

Cada parámetro (procedimiento) de un método puede calibrarse. Los parámetros a calibrar de un método se pueden establecer por separado. No es obligatorio calibrar todos los parámetros.

Para cada parámetro se pueden establecer en un método hasta tres funciones de calibración. La asignación se produce automáticamente.

La determinación de la función de calibración se realiza en función de la masa. Se determinan funciones de calibración lineales y/o cuadráticas según las ecuaciones (5) y (6) mediante un cálculo de regresión.

$$c = (k_1 \times I_{Netto} + k_0)/m \quad (5)$$

$$c = (k_2 \times I_{Netto}^2 + k_1 \times I_{Netto} + k_0)/m \quad (6)$$

c ... cálculo previsto de la solución patrón

m ... masa de la muestra

I_{Netto} ... integral neta

k_0, k_1, k_2 ... coeficiente de calibración

El tipo de regresión (lineal o cuadrática) puede ser configurada por el usuario. Es posible seleccionar puntos de medición individuales o valores de medición para el cálculo de la calibración actual (selección del valor errático manual). Además, también se pueden determinar soluciones patrón individuales de nuevo, en caso necesario, o añadir puntos de medición adicionales de la calibración.

El software multiWin ofrece la posibilidad, adaptándose al planteamiento analítico en función del rango de medición y la matriz de la muestra, de proceder según estrategias de calibración distintas. Con el multi EA 4000 se realizan calibraciones multipunto con una cantidad de muestra variable y concentraciones constantes.

5.5.2 Factor diario

Mediante el factor diario es posible comprobar y corregir la calibración con ayuda de una solución patrón. Todos los resultados siguientes de la medición se multiplican por este factor.

El factor diario se calcula según la ecuación (7):

$$F = \frac{c_{soll}}{c_{ist}} \quad (7)$$

5.5.3 Características del proceso

Desviación estándar residual

La desviación estándar residual (variancia residual) expresa la fluctuación de los valores integrales en torno a la función de regresión (precisión de la regresión).

Desviación estándar del proceso

La desviación estándar del proceso describe de manera precisa y general la calidad de la calibración. Para la valoración de calidad clara de una calibración, es necesario utilizar la desviación estándar del proceso.

Coeficiente de variación del proceso

El coeficiente de variación del proceso (desviación estándar relativa del proceso) se debe utilizar para la comparación de diferentes calibraciones con diferentes rangos de calibración.

Coeficiente de correlación

El coeficiente de correlación compara la fluctuación de los puntos de medición de la calibración de la función de regresión con la fluctuación general de la calibración. Si todos los puntos de medición de la calibración se basan en la función de regresión determinada, el coeficiente de correlación es $+1/-1$. Con coeficientes de correlación positivos aumenta la función de regresión y con negativos disminuye.

Grado de determinación

El cuadrado del coeficiente de correlación se denomina grado de determinación.

5.5.4 Otros cálculos

Para todas las mediciones en las que se realizan determinaciones múltiples, el promedio (MW), la desviación estándar (SD) y el coeficiente de variación (VK) se calculan y se muestran. Se puede llevar a cabo, como máximo, una determinación triple por cada muestra.

En las mediciones de TOC con el módulo de sólidos automático de TIC en el método diferencial o en la determinación de carbono mediante pirólisis (TC-EC) sólo se produce una determinación simple.

Promedio

El promedio del resultado final se calcula a partir de las concentraciones determinadas para las determinaciones individuales.

Blanco de navecilla

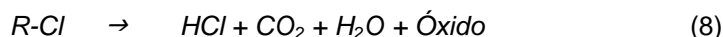
El blanco de navecilla se determina introduciendo una navecilla vacía y/o una navecilla con aditivos para la muestra en el horno de atomización y analizándola.

El blanco de navecilla se puede determinar por separado e introducirse en el software de control y evaluación multiWin. Este valor puede variar con el tiempo y se tiene que determinar nuevamente antes de iniciar una serie de mediciones. De lo contrario, se utilizará el último valor introducido.

5.6 Determinación de Cl

Las muestras a analizar se introducen en la cámara de atomización en una navecilla de vidrio de sílice a través de una trampa de gas abierta. La muestra se piroliza primero en el flujo de gas inerte (argón). Los productos de pirólisis producidos aquí se atomizan completamente en el flujo de oxígeno un poco después.

La reacción se realiza según la siguiente ecuación:



La proporción de HCl se determina coulombimétricamente después del secado del gas de medición. Aquí los iones de cloruro entran en reacción total con los iones de plata producidos electrolíticamente, formándose cloruro de plata.



A partir de la cantidad de carga utilizada para la creación de iones de plata se puede calcular por la ley de Faraday la cantidad de cloruro.

5.7 Evaluación de datos en el modo de Cl

5.7.1 Rutina de punto final

Después de rellenar la celda de medición o de un cambio de la solución de electrolito, debe realizarse una rutina de punto final, estableciéndose el umbral de desconexión del sistema. El valor de indicación determinado presenta tanto el punto inicial como también el punto final de la titulación. La rutina de punto final es iniciada a través del software multiWin.

5.7.2 Medición con división/factor de división

En el funcionamiento con división, el gas de medición de la cámara de atomización se distribuye en una proporción definida. Para el análisis, sólo una porción del gas de reacción llega a la celda de medición, para poder determinar también altas concentraciones.

Para concentraciones de Cl en el rango de concentración inferior se trabaja sin división de gas. El gas de medición atraviesa totalmente la unidad de secado y la celda de medición.

Para el trabajo con división de gas pueden seleccionarse porciones del 10 % y 20 % del gas de medición. El factor de división actual de un método pueden introducirse y/o verse en la pestaña CALIBRATION como DAILY FACTOR (punto del menú METHOD/EDIT) de la ventana de métodos.



IMPORTANTE

Al crear un método de división nuevo, debe copiarse primero manualmente el factor de división de un método existente con la misma proporción de división.

La comprobación y la posible corrección del factor de división actual se realiza con soluciones patrón.

5.7.3 Evaluación

La determinación coulombimétrica de Cl es un método de análisis absoluto. No se realiza ninguna calibración. El resultado se indica en el informe de análisis en la masa absoluta [μg] y como concentración [$\mu\text{g/g}$] y/o [mg/g].

6 Primera puesta en funcionamiento

6.1 Requisitos generales

6.1.1 Condiciones de la colocación

Las condiciones climáticas de la sala de funcionamiento del analizador deben cumplir lo siguiente:

- Rango de temperaturas: de +10 a +35 °C
- Humedad del aire (máx.): 90 % a 30 °C
- Presión atmosférica: de 0,7 a 1,06 bar

El ambiente del laboratorio debe presentar, dentro de lo posible, bajo contenido en TOC y polvo, así como estar libre de corrientes de aire, vapores corrosivos y orgánicos y temblores. Se prohíbe fumar en la sala de funcionamiento del analizador.

Para el emplazamiento del analizador se debe actuar de la siguiente manera:

- No colocar el analizador directamente al lado de una puerta o de una ventana.
- Colocar el analizador en una superficie resistente a los ácidos y al calor.
- No colocar el analizador cerca de fuentes de interferencias electromagnéticas.
- Evitar el contacto directo con la luz solar o con elementos de calefacción. Asegurar igualmente la climatización de la sala.
- No bloquear el acceso a las puertas frontales, a las paredes laterales ni a las rendijas de ventilación del analizador con otros equipos o mobiliario.
- Dejar una separación de seguridad de 5 cm entre la parte posterior y el lateral derecho con respecto a otros equipos o paredes.

6.1.2 Espacio requerido

El espacio requerido depende de todos los componentes utilizados en el puesto de medición. Prever espacio suficiente para el ordenador, monitor, impresora y posibles equipos complementarios.

6.1.3 Alimentación de energía



ATENCIÓN

El analizador multi EA 4000 sólo se puede conectar a un enchufe con protección de tierra adecuado según los datos de tensión indicados en la placa de identificación.

El multi EA 4000 se utiliza con una red de corriente alterna monofásica.

La instalación eléctrica del equipo eléctrico del laboratorio debe cumplir la norma DIN VDE 0100. En el punto de conexión debe estar disponible una corriente eléctrica según la norma IEC 38.

6.1.4 Alimentación de gas

La entidad explotadora es responsable de que la alimentación de gas presente las conexiones y manorreductores correspondientes.

Las mangueras de conexión con un diámetro exterior de 6 mm e interior de 4 mm están incluidas en el suministro. La longitud es de 2 m. Si se necesitan otras longitudes, ponerse en contacto con el servicio técnico de Analytik Jena AG.

6.2 Desembalaje y colocación del analizador



IMPORTANTE

El analizador multi EA 4000 sólo debe ser emplazado, montado e instalado por el servicio técnico de Analytik Jena AG o por personal cualificado y autorizado por Analytik Jena AG. Un uso no autorizado del analizador puede producir daños en el usuario o en la funcionalidad del equipo y limitar los derechos de garantía o incluso excluirlos.



IMPORTANTE

Conservar el embalaje para el transporte. Para un nuevo transporte en caso de mantenimiento es necesario utilizar el embalaje original. Sólo así se pueden evitar daños de transporte.

El desembalaje y montaje del analizador multi EA 4000 debe ser realizado por el servicio al cliente de Analytik Jena AG o por personal cualificado autorizado por la empresa.

Al recibir el equipo, comprobar que no falte ningún componente y que todos los componentes estén en las condiciones correctas según lo especificado en el albarán adjunto.

El servicio técnico comprueba el analizador después del montaje y documenta la prueba.

7 Manejo

7.1 Encendido/periodo de calentamiento/ajuste



PRECAUCIÓN: AGUA DE CONDENSACIÓN

Si hubiera grandes diferencias de temperatura entre el lugar de almacenamiento y el de colocación, esperar antes de la conexión a que el multi EA 4000 adquiera la nueva temperatura ambiente. De este modo se evitara daños al equipo por agua de condensación.

Controlar antes del encendido:

- Los gases (oxígeno y argón (determinación de Cl o determinación de carbono elemental)) están conectados con una presión previa de 4 – 6 bar.
- En el horno hay un tubo de atomización colocado.
- Las mangueras de alimentación de gas están conectadas a la trampa de gas.
- Los módulos de análisis están conectados.
- El cargador de muestras (opcional) está colocado.
- El ordenador está conectado y el software multiWin instalado.

Secuencia de encendido

1. Abrir los gases en el manorreductor (presión previa de 4 – 6 bar).
2. Encender el ordenador.
3. Encender el cargador de muestras FPG 48 (opcional).
 - ✓ **El cargador de muestras FPG 48 se inicia.**
4. Encender el equipo base multi EA 4000.
5. Encender los módulos de análisis.
 - ✓ **Los equipos arrancan. Los indicadores de estado de las partes frontales del equipo base y los módulos se iluminan.**
6. Iniciar el programa multiWin.
7. Registrarse como usuario.

Escribir siempre como USER y PASSWORD **Admin**. Este usuario se ha definido en la instalación nueva del programa y tiene derechos de administrador.
8. Hacer clic en el botón [INITIALIZE ANALYZER].
 - ✓ **Después de iniciar sesión correctamente, comienza la inicialización y el reconocimiento automático de todos los componentes conectados y encendidos.**

Periodos de calentamiento y ajuste

Después de iniciar sesión correctamente, comienza la inicialización automática y la consulta de los componentes. En la ventana de estado se muestran valores actuales:

- Flujo de gas de medición: se muestra después de conectar la bomba aspirante (100 ± 5 l/h).

- ❑ Bomba aspirante en el equipo base: la bomba se enciende a 50 K antes de alcanzar la temperatura teórica.
- ❑ Temperatura del horno: la duración de calentamiento es de aprox. 30 – 40 min según la temperatura teórica preajustada.
- ❑ Detector de NDIR (sólo determinaciones de C, S o C/S): este grupo constructivo requiere un periodo de calentamiento de aprox. 15 min después de encender el módulo de C/S.
- ❑ Culombímetro (sólo determinación de Cl): aprox. 10 min de periodo de calentamiento

En la ventana de estado, las indicaciones de los componentes que todavía no están listos para el funcionamiento se muestran en rojo.

7.2 Medición de C/S

7.2.1 Preparación del multi EA 4000 y el módulo de C/S



¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.

En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.

¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.

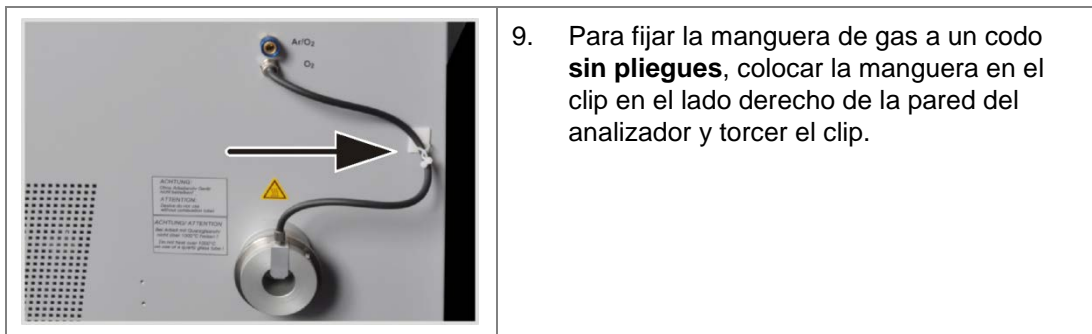
Comprobar las conexiones eléctricas y neumáticas según el apartado "Colocación del multi EA 4000 C/S" pág. 130 y ss.

Montaje del tubo de cerámica en la trampa de gas y colocación en el horno de atomización

Para las mediciones de C/S se utiliza un tubo de atomización de cerámica.

	<p>Atención: el tubo de cerámica está sujeto por un lado para centrarlo para su asiento en el horno. El extremo sujeto se introduce en el horno. La trampa se monta al final sin guía.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Rellenar el extremo sujeto del tubo de cerámica con algodón de vidrio de sílice unos 2,5 cm de espesor y desplazar el tapón de algodón aprox. 2 cm en el interior del tubo. <p>Atención: no desplazar el algodón de vidrio de sílice demasiado hacia el centro del tubo de cerámica porque el algodón se apelmaza a altas temperaturas.</p> <ol style="list-style-type: none"> 2. Deslizar el anillo de presión en el extremo del tubo de cerámica sin guía. 3. Deslizar el anillo obturador aprox. 3 cm en el tubo de cerámica.
	<ol style="list-style-type: none"> 4. Colocar la trampa de gas de modo que las perforaciones de la trampa y del anillo de presión queden superpuestas.

	<p>5. Fijar el anillo de presión a la trampa con tres tornillos. Apretar los tornillos uno tras otro uniformemente.</p>
	<p>La rendija entre el anillo de presión y la trampa debe ser uniformemente de aprox. 1 mm de ancho.</p>
 <p> ACHTUNG: Ohne Atombrennrohr Gerät nicht betreiben! ATTENTION: Device do not start without combustion tube! ACHTUNG/ATTENTION Bei Arbeit mit Quarzglasrohr nicht über 1000°C heizen! Do not heat over 1000°C on use of a quartz glass tube! </p>	<p>6. Desplazar el tubo de cerámica en el horno de atomización. La conexión de gas en la trampa debería estar inclinada ligeramente hacia la izquierda (aprox. 45°).</p>
	<p>7. Presionar la trampa de gas girando ligeramente el soporte de la pared del multi EA 4000. El tubo de cerámica se desplaza al asiento del horno de atomización.</p> <p>El tubo de cerámica está bien colocado si la conexión de gas apunta perpendicularmente hacia arriba y la rendija entre el acoplamiento de la trampa y la trampa de gas es aprox. de 2 mm.</p>
	<p>8. Conectar la manguera para la alimentación de oxígeno en la trampa de gas y fijarla con la tuerca de unión.</p>



9. Para fijar la manguera de gas a un codo **sin pliegues**, colocar la manguera en el clip en el lado derecho de la pared del analizador y torcer el clip.

Comprobación de la trampa de halogenuro y el tubo de secado

- Asegurarse de que el tubo de secado esté relleno con perclorato de magnesio y que sólo en la parte inferior del tubo haya lana de vidrio de sílice.
- En las determinaciones de C, montar en el recorrido de gas la trampa de halogenuro rellena con lana de cobre y de latón.
- En las determinaciones de S, retirar la trampa de halogenuro y conectar en su lugar un tubo en U vacío.



IMPORTANTE

La trampa de halogenuro absorbe azufre. En las determinaciones de C/S hay que sopesar el uso de la trampa de halogenuro. Dependiendo de la matriz, se recomienda no utilizar ninguna trampa de halogenuro con concentraciones bajas de azufre, y montar la trampa de halogenuro en el recorrido de gas con concentraciones altas.

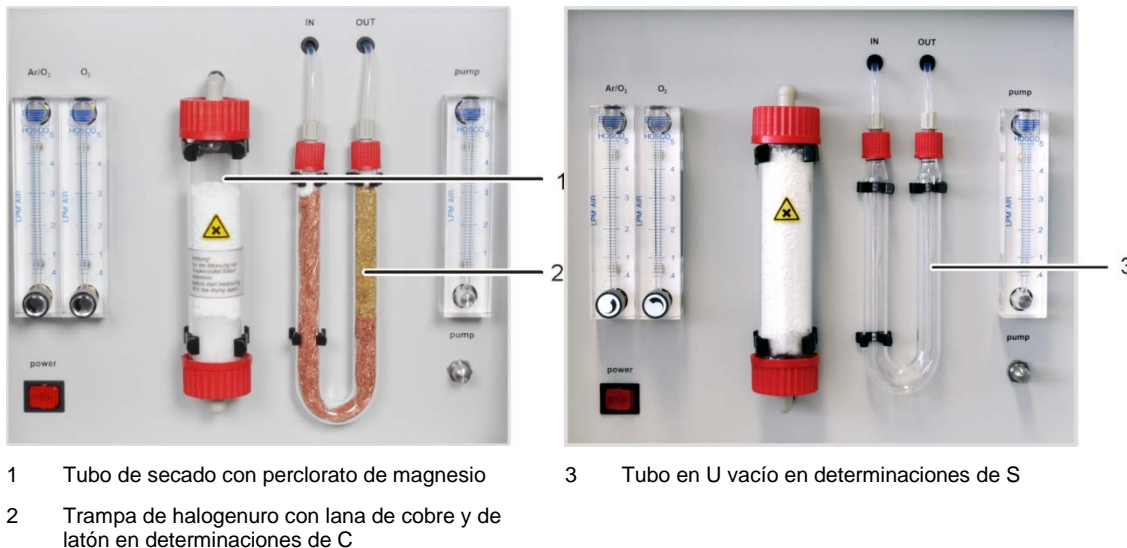


Fig. 30 Comprobación de la trampa de halogenuro y el tubo de secado

7.2.2 Realización de la medición de C/S

1. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de C/S y, en caso necesario, el FPG 48 con el interruptor principal.
 - ✓ **Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.**

Nota:

Si hay un módulo de sólidos automático de TIC integrado, hay que encenderlo también. De este modo, se tiene en cuenta el recorrido de transporte más largo (por el reactor de TIC colocado entre medias) de la navecilla. No encender el módulo de CI presente.

2. Iniciar el programa multiWin.
3. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar los ELEMENTS a analizar.
 - Si tanto el carbono/azufre como también el cloro están activados, hacer clic en la lista COMBUSTION TUBE en CERAMIC TUBE (CS).
 - Activar como STATES la opción SOLID.

4. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].
5. Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD - NEW).

Se pueden seleccionar los siguientes parámetros para las mediciones de C/S:


- TC (sólo determinar el contenido de carbono total)
- TS (sólo determinar el contenido de azufre total)
- TC+TS (sólo determinar el contenido de carbono total y azufre total)


6. Ajustar después del periodo de calentamiento los siguientes flujos de gas:

pump	O ₂	Ar/O ₂
debe ajustarse para que en la ventana STATUS ANALYZER se indique el valor NOMINAL = 100 ± 5 corresponde a aprox.1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min	-





El sistema de análisis tiene ahora tiempo de acondicionarse.

Si el flujo de aspiración se desviara en gran medida o se modificara después, reajustarlo en la válvula "pump" del multi EA 4000.

7. Pesar las muestras en navecillas de cerámica.
8. Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].
9. Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.
10. Crear una secuencia de análisis.
 - Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas.
 - Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	<i>Sólo en mediciones con cargador de muestras</i> Posición de la muestra en el rack de muestras La ocupación del rack de muestras sólo puede realizarse con un número de posición ascendente. Pero no tiene que ser completa.
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la

	muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT-BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón de calibración o la solución patrón AQS
Operandos	Indicación del peso neto

- Cargar el cargador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar haciendo clic en .
- ✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**

11. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

Nota:

En mediciones con avance de muestras manual aparece, antes de comenzar cada medición, un ventana de entrada adicional para introducir el peso neto.

- ✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.**



IMPORTANTE

Durante pausas más largas de medición puede apagarse la alimentación de oxígeno en el programa multiWin, pudiendo ahorrar oxígeno. La alimentación de oxígeno, sin embargo, debe estar garantizada a tiempo (aprox. 10 min) antes del inicio de la medición.

7.3 Determinación de carbono mediante pirólisis

7.3.1 Preparación del multi EA 4000 y el módulo de C/S



¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.

En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.

¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.

Para la determinación de carbono mediante pirólisis, el multi EA 4000 debe estar equipado con el modo de pirólisis opcional.

1. Comprobar las conexiones eléctricas y neumáticas según el apartado "Colocación del multi EA 4000 C/S" pág. 130. Comprobar especialmente la conexión para argón en el multi EA 4000.
2. Colocar sobre la trampa de gas en el lado derecho del multi EA 4000 una campana extractora para absorber y extraer los gas de pirólisis en circulación.
3. Realizar las conversiones necesarias adicionales en el analizador como se describe en el apartado "Preparación del multi EA 4000 y el módulo de C/S" pág. 56:
 - Montar el tubo de cerámica con trampa de gas en el horno de atomización.
 - Asegurarse de que la lana de cobre y de latón de la trampa de halogenuro no esté teñida.
 - Posicionar el cargador de muestras.

7.3.2 Realización de la determinación de carbono mediante pirólisis

1. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de C/S y, en caso necesario, el FPG 48 con el interruptor principal.
 - ✓ **Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.**

Nota: No encender el módulo de CI presente. El módulo de sólidos de TIC automático no se puede encender.
2. Iniciar el programa multiWin.
3. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar los ELEMENTS a analizar.
 - Si tanto el carbono/azufre como también el cloro están activados, hacer clic en la lista COMBUSTION TUBE en CERAMIC TUBE CS.
 - Activar como STATES la opción SOLID.
4. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].

5. Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD - NEW).
 - Seleccionar el parámetro "EC/TC" para la determinación del carbono mediante pirólisis.
 - Parámetros recomendados para el ajuste del método (pestaña PROCESS):

FURNACE TEMPERATURE	850 °C
EC PURGE TIME	300 s


6. Ajustar después del periodo de calentamiento los siguientes flujos de gas:


pump	O ₂
debe ajustarse para que en la ventana STATUS ANALYZER se indique el valor NOMINAL = 100 ± 5 corresponde a aprox.1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min





El sistema de análisis tiene ahora tiempo de acondicionarse.

Si el flujo de aspiración se desviara en gran medida o se modificara después, reajustarlo en la válvula "pump" del multi EA 4000.

7. Pesar las muestras cada una en dos navecillas de cerámica.
8. Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].
9. Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.
10. Crear una secuencia de análisis.

- Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas. Para cada muestra deben preverse dos navecillas, que se procesen en la secuencia de manera sucesiva.
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLE POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestras o en la secuencia de análisis en mediciones con alimentación manual de muestras. La ocupación del rack de muestras sólo puede realizarse con un número de posición ascendente. Pero no tiene que ser completa.
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT, BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón de calibración o la solución patrón AQA
Operandos	Indicación del peso neto

- Cargar el cargador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar con el botón .

✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**

11. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

Nota: En mediciones con avance de muestras manual aparece, antes de comenzar cada medición, un ventana de entrada adicional para introducir el peso neto.

✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.**

- El carbono elemental (EC) se determina en la muestra en la navecilla 1. Previo a la medición de la **navecilla 1**, la bomba aspirante se apaga automáticamente y se cambia de oxígeno a argón.
Ajustar el flujo de argón en el rotámetro de **Ar/O₂** a 2,3 – 2,5 l/min. Para las siguientes mediciones de pirólisis se mantiene este ajuste de flujo.
- La muestra en la **navecilla 1** se piroliza primero en un flujo de argón una vez transcurrido el periodo de espera (lavado del tubo de atomización con argón). Aquí se desprenden, a la temperatura preseleccionada, las partes volátiles de los compuestos de carbono contenidos. En caso ideal y/o después del tratamiento correspondiente, el carbono elemental (EC) permanece en la navecilla.
- Después de la pirólisis la bomba aspirante se activa automáticamente y se cambia de argón a oxígeno. La porción de carbono (EC) restante en la muestra ya pirolizada se determina mediante atomización en el flujo de oxígeno.
- La muestra en la **navecilla 2** se pone en el flujo de oxígeno para la determinación del contenido de carbono total (TC).
- De la diferencia de los dos valores de medición obtenidos (TC y EC) se puede deducir la cantidad de carbono activo o degradable.



IMPORTANTE

Durante pausas más largas de medición puede apagarse la alimentación de gas en el programa multiWin, pudiendo ahorrar oxígeno. La alimentación de oxígeno, sin embargo, debe estar garantizada a tiempo (aprox. 10 min) antes del inicio de la medición.

7.4 Determinación de Cl

7.4.1 Preparación del multi EA 4000 para mediciones de Cl



¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.

En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.


¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.

Colocación del tubo de vidrio de sílice en el horno de atomización

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Rellenar el tubo de vidrio de sílice con aprox. 2,5 cm de algodón de vidrio de sílice y desplazar el tapón de algodón hacia el final del tubo.
	<ol style="list-style-type: none"> 2. Colocar el anillo obturador en el anillo de presión de la trampa de gas.
	<ol style="list-style-type: none"> 3. Deslizar el tubo de vidrio de sílice en el anillo de presión de modo que las salidas de gas sobresalgan en las rendijas del anillo.
	<ol style="list-style-type: none"> 4. Fijar la contrapieza de la trampa de gas con los tres tornillos de hexágono interior correspondientes. Apretar los tornillos uno tras otro uniformemente. Nota: observar al apretar los tornillos que el tubo de vidrio de sílice esté centrado en la trampa de gas.

	<p>✓ La trampa de gas está correctamente montada si la rendija entre el anillo de presión y la contrapieza es aprox. de 1 mm de ancho uniformemente.</p>
	<p>5. Introducir el tubo de vidrio de sílice en el horno de atomización hasta el tope en el acoplamiento de la pared del analizador.</p> <p>6. <i>Sin utilizar el sensor de llama:</i> introducir la manguera para la alimentación de oxígeno en la boquilla de vidrio del tubo de atomización (1).</p> <p>7. Conectar la manguera para la alimentación de argón a la trampa de gas (2).</p> <p>✓ El tubo de atomización está colocado en el multi EA 4000.</p> <p>Atención: Las mangueras no pueden plegarse ni torcerse.</p>
<p>1 Conexión para oxígeno 2 Conexión para argón</p>	

Conexión del sensor de llama (opcional)

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Conectar la manguera para la alimentación de oxígeno (2) a la cabeza del sensor (1). 2. Desplazar por orden el disco de diafragma negro (5), el manguito de latón y los dos anillos obturadores (como en la imagen) en la boquilla de gas del tubo de atomización.
<ol style="list-style-type: none"> 1 Cabeza del sensor 2 Conexión de gas para oxígeno 3 Anillos obturadores 4 Manguito de latón con rosca de tornillo 5 Disco de diafragma 	<ol style="list-style-type: none"> 3. Colocar la cabeza del sensor en la boquilla de vidrio y fijarla con el manguito de latón. Los anillos obturadores son presionados así en la cabeza del sensor y obturan al sensor de llama. 4. Conectar la conexión del sensor de llama entre la conexión del multi EA 4000 y el módulo de C/S (o módulo de CI) a la conexión "valve" del multi EA 4000.

Conexión del recipiente de ácido sulfúrico







ADVERTENCIA

El ácido sulfúrico concentrado utilizado en el recipiente de ácido sulfúrico como secante puede provocar abrasiones graves.

Para cambiar el ácido sulfúrico, llevar la ropa de protección adecuada. Tener siempre en cuenta todas las especificaciones de la hoja de datos de seguridad de la CE. Actuar con mucho cuidado al rellenar el ácido sulfúrico.

Según el método de medición, se utiliza el recipiente de ácido sulfúrico con o sin salida dividida.

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Introducir la manguera de gas de medición (transparente) y la manguera de bypass (negra) a través del canal en el multi EA 4000. En caso necesario, sacar con unas pinzas las mangueras del otro extremo del canal. Conducir las mangueras a través de la abertura en el lado derecho del módulo de CI. 																
 <table border="0" data-bbox="354 1310 869 1603"> <tr> <td>1</td> <td>Manguera de gas de medición</td> <td>5</td> <td>Junta esmerilada esférica</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>Oliva de vidrio</td> <td>6</td> <td>Recipiente de ácido sulfúrico</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>Tornillo moleteado</td> <td>7</td> <td>Bandeja de PTFE</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>Pinza en forma de horquilla</td> <td>8</td> <td>Pinzas para recipiente de seguridad</td> </tr> </table>	1	Manguera de gas de medición	5	Junta esmerilada esférica	2	Oliva de vidrio	6	Recipiente de ácido sulfúrico	3	Tornillo moleteado	7	Bandeja de PTFE	4	Pinza en forma de horquilla	8	Pinzas para recipiente de seguridad	<ol style="list-style-type: none"> 2. Llenar el recipiente de ácido sulfúrico con 12 – 15 ml de ácido sulfúrico. 3. Colocar el recipiente de ácido sulfúrico lleno encima de la bañera de PTFE (7), al lado de la entrada del tubo de atomización en el equipo base. 4. Una la salida de gas del tubo de atomización con la entrada del recipiente de ácido sulfúrico mediante la junta esmerilada esférica (5). 5. Asegurar la junta esmerilada esférica con la pinza en forma de horquilla (4) y apretar el tornillo moleteado (3) con la mano. 6. Cerrar el recipiente de ácido sulfúrico con la oliva de vidrio con conexión de manguera. 7. Introducir la manguera de gas de medición (transparente) en la conexión de la oliva de vidrio.
1	Manguera de gas de medición	5	Junta esmerilada esférica														
2	Oliva de vidrio	6	Recipiente de ácido sulfúrico														
3	Tornillo moleteado	7	Bandeja de PTFE														
4	Pinza en forma de horquilla	8	Pinzas para recipiente de seguridad														

 <p>9 Manguera de bypass 11 Manguera de conexión</p> <p>10 Salida dividida 12 Recipiente de seguridad</p>	<p><i>Sólo recipientes de ácido sulfúrico con salida dividida</i></p> <ol style="list-style-type: none"> Conectar la salida dividida del recipiente de ácido sulfúrico con la conexión lateral del recipiente de seguridad. Presionar el recipiente de seguridad en el soporte. Conectar la manguera de bypass negra (9) a la parte de arriba del recipiente de seguridad (12). <p><i>Nota:</i> en los recipientes de ácido sulfúrico sin salida dividida, la manguera de conexión queda suelta.</p>
	<p><i>Sólo recipientes de ácido sulfúrico con salida dividida</i></p> <ol style="list-style-type: none"> Conectar la manguera de bypass al lado de entrada de gas con lana de cobre de la trampa de halógeno.

7.4.2 Creación de solución de electrolito



ADVERTENCIA

El ácido acético del 99% y el ácido nítrico, así como el timol, utilizados para la creación de la solución de electrolito, pueden provocar abrasiones graves.

Llevar siempre la ropa de protección adecuada para crear la solución de electrolito.

Tener siempre en cuenta todas las especificaciones de las hojas de datos de seguridad de la CE.

Reactivos necesarios:

200 ml ácido acético c = 99 %

4 ml ácido nítrico conc.

4 g gelatina

1,0 g timol

0,3 g azul timol

500 ml metanol

Crear la solución de electrolito como se indica a continuación:

1. Solución A:

Llenar un matraz aforado de 1000 ml con 500 ml de agua, añadir 4 ml de HNO_3 (conc.), agregar con cuidado 200 ml de ácido acético y rellenar con agua hasta la marca.

2. Solución B1:

Mezclar 4 g de gelatina en un vaso de precipitados con 400 ml de agua, dejar a remojo durante 3 horas y disolver después mediante calentamiento a 35 – 45 °C.

3. Solución B2:

Disolver 1,0 g de timol y 0,3 g de azul timol en un vaso de precipitados en 500 ml de metanol.

4. Solución B:

Añadir lentamente la solución B1, después de que se enfríe a 18 – 22 °C, y removiendo a la solución B2, filtrar, traspasar a un matraz aforado de 1000 ml y rellenar con agua hasta la marca.

5. Solución C – electrolito listo para el uso:

Pipetear 8 ml de la solución B en una probeta graduada de 100 ml y rellenar con la solución A hasta 100 ml; o
pipetear 40 ml de la solución B en una probeta graduada de 500 ml y rellenar con la solución A hasta 500 ml.

Almacenamiento y durabilidad de las soluciones de electrolito

- Las soluciones A y B se conservan unos 6 meses en frascos herméticos a 4 ± 3 °C.
- La solución de electrolito lista para usar (solución C) se conserva unos 30 días en recipientes de cristal herméticos a 20 – 25 °C.

7.4.3 Preparación de la celda de medición



PRECAUCIÓN

Un secado del electrolito en el electrodo combinado puede dañar el electrodo. Con pausas de funcionamiento breves, por ejemplo de un día a otro, conservar el electrodo en la solución de electrolito.



IMPORTANTE

Antes del primer uso, deje el electrodo en una solución electrolítica durante 1-2 h. Sólo así obtendrá valores reproducibles.

La celda de medición llena y el electrodo deben estar conectados al equipo **antes** de encender el módulo de CI.

1. Llenar el electrolito en el cuerpo base de la celda de medición (para la creación del electrolito véase apartado "Creación de solución de electrolito" pág. 69):
 - Celda "sensitive": aprox. 20 ml
 - Celda "high concentration": aprox. 120 ml
2. Colocar una varilla del agitador magnético en el fondo de la celda de medición.
3. Fijar la tapa de la celda de medición con los 3 tornillos moleteados.
4. Colocar la celda de medición en el soporte del módulo de CI.



- 1 Conexión para electrodo combinado
- 2 Conexión para gas de medición en el electrodo combinado
- 3 Oliva con manguera de aspiración de gas conectada
- 4 Conexión para celda de medición
- 5 Tubo de adsorción relleno con carbón activado

5. Introducir el electrodo combinado y la oliva de manguera con la manguera de aspiración en la abertura correspondiente de la tapa de la celda de medición.
6. Conectar el electrodo combinado y la celda de medición a las conexiones de la pared posterior del módulo de CI.
7. Deslizar la manguera de gas medición (transparente) aprox. **1 cm** en el extremo del electrodo combinado.

8. Encender el multi EA 4000 con sus componentes del equipo (véase apartado "Realización de la medición de Cl" pág. 71).
9. Realizar una rutina de punto final (véase apartado "Rutina de punto final" pág. 71).
 - ✓ **Cuando la rutina de punto final finalice, el sistema está listo para realizar mediciones.**
10. Comprobar la celda con un método directo en caso necesario.

7.4.4 Rutina de punto final

Una rutina de punto final es necesaria después de cada cambio de electrolito.

El punto de trabajo de la celda de medición coulombimétrica se encuentra en el rango de 1.500 – 5.000 cuentas.

1. Iniciar la rutina de punto final manualmente a través del punto del menú SYSTEM/END POINT ROUTINE.
2. Sacar la oliva con la manguera de aspiración de la tapa de la celda de medición. Dosificar la solución de HCl directamente en la celda de medición, según sea necesario:
 - Celda "sensitive" 100 µl de una solución de HCl a 0,01 N
 - Celda "high concentration" 100 µl de una solución de HCl a 0,1 N
3. Iniciar inmediatamente la rutina de punto final, después de la dosificación, haciendo clic en [OK].

En la ventana STATUS ANALYZER se muestra el estado END POINT ROUTINE durante el proceso. Después de la rutina de punto final, en la ventana STATUS ANALYZER se muestra el estado STAND-BY TITRATION y el valor indicador actual.

✓ **El sistema está listo para realizar mediciones.**

El punto de trabajo determinado del electrodo combinado se muestra bajo el punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST en la pestaña CL-AMP.



IMPORTANTE

Para proteger al electrodo combinado de un desgaste innecesario, tener en cuenta lo siguiente:

- Rellenar siempre la celda de medición con electrolito fresco antes de la rutina de punto final.
- No realizar la rutina de punto final varias veces una tras otra.

7.4.5 Realización de la medición de Cl

1. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de Cl, el módulo de C/S (sólo con multi EA 4000 C/S Cl) y, en caso necesario, el FPG 48 con el interruptor principal.
 - ✓ **Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.**

2. Iniciar el programa multiWin.
3. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar cloro como ELEMENTO a analizar.
 - Si tanto el carbono/azufre como también el cloro están activados, hacer clic en la lista COMBUSTION TUBE en QUARZ TUBE (Cl).
 - Activar como STATES la opción SOLID.
4. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].
5. Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD - NEW).

Se pueden seleccionar los siguientes parámetros para las mediciones de Cl:

- Cl_AMP (determinación del contenido de cloro en sólidos)
- Cl_direkt_AMP (comprobación de la celda de medición pipeteando directamente una solución patrón líquida en la celda de medición)

6. Ajustar los flujos de gas:

Mediciones de Cl sin división de gas

- En el método debe seleccionarse en la pestaña PROCESS SPLIT 100 % para el funcionamiento sin división.
- Para ello hay que ajustar los siguientes flujos de gas:

Flujos de gas para mediciones sin división de gas		
pump	O ₂	Ar
aprox. 600 ml/min	300 - 400 ml/min	300 - 400 ml/min

- Al ajustar los flujos de gas debe tenerse en cuenta lo siguiente:
 El flujo de aspiración debe ser aprox. 200 ml/min mayor que el flujo de oxígeno.
 Para garantizar el efecto de la trampa de gas, la suma del flujo de argón y de oxígeno tiene que ser como mínimo 200 ml/min mayor que el flujo de aspiración.
 Si se requiere, el usuario tiene que reducir manualmente el flujo de aspiración en el flujómetro "pump" del equipo base.



PRECAUCIÓN

Es totalmente necesario reducir el flujo de aspiración en el funcionamiento con división si se requiere. De lo contrario, el ácido sulfúrico o la solución de electrolito pueden ser absorbidos en el sistema de mangueras y en los componentes siguientes y provocar daños.

Mediciones de Cl con división de gas

- Ajustar en los parámetros del método una de las siguientes relaciones de división en la pestaña PROCESS:

Gas de medición (%)	Relación de división
10	1 : 10
20	1 : 5

- Los siguientes flujos de gas deben ajustarse para el trabajo con división de gas:

Flujos de gas para mediciones con división de gas de medición:		
pump	O ₂	Ar
máx. (aprox. 2,5 l/min)	1 l/min	2,4 l/min

- Tomar después el factor de división de un método existente y volver a calcularlo.

7. Pesar las muestras en navcillas de vidrio de sílice.

Nota:

Al pesar muestras como aceite residual en navcillas de vidrio de sílice recocidas deberían ser colocadas en arena de sílice recocida y cubiertas con una cantidad suficiente de ésta.


Los pesos netos de aceite residual no pueden superar los 50 mg.





8. Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].

9. Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.

10. Crear una secuencia de análisis.

- Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas.
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLE POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestras La ocupación del rack de muestras sólo puede realizarse con un número de posición ascendente. Pero no tiene que ser completa.
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, AQA MEASUREMENT o BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón AQA
Operandos	Indicación del peso neto

- Cargar el cargador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar con el botón .

✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**

11. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

La muestra se piroliza en el flujo de argón a temperaturas entre 300 y 600 °C (zona delantera del horno). Los productos de pirólisis producidos se oxidan totalmente en el flujo de oxígeno a 1000 °C.

Utilización del cargador de muestras FPG 48

- Seleccionar un programa apropiado para el avance del cargador de muestras, que incluye un tiempo de permanencia más largo en la zona de calentamiento en la entrada del horno.
- Con muestras altamente reactivas, utilizar el sensor de llama opcional.

Utilización del avance manual de muestras



PRECAUCIÓN

Es necesario utilizar unas gafas de protección al cargar el horno y observar la atomización al mismo tiempo.

- Iniciar la medición antes de que la navecillas de desplace al horno.
- Desplazar la navecilla hacia tubo de atomización hasta justo detrás de la trampa de gas, para que la mitad de la navecilla se encuentre a la altura de la chapa frontal. Dejarla que se caliente brevemente.
- Desplazar después la navecilla con cuidado a la zona caliente del horno de atomización. Observar continuamente el extremo del tubo de alimentación de oxígeno. En cuanto se produzcan fenómenos luminosos por la atomización de los gases de pirólisis, mantener la navecilla en la posición actual. Si los fenómenos luminosos disminuyen, seguir desplazando la navecilla lentamente. Si vuelven a surgir, volver a detener la navecilla y así continuamente hasta que ésta se encuentre totalmente en el horno (la posición está indicada por el tope de la herramienta de alimentación). En esta posición se atomizan los productos de pirólisis volátiles a 1.000 – 1.100 °C.
- Una vez transportada la navecilla a la con caliente, confirmar con [OK] el mensaje de la pantalla.



IMPORTANTE

El avance de la navecilla debe realizarse muy lentamente para que los gases de pirólisis se produzcan lentamente y se atomen totalmente. Una alimentación demasiado rápida de la muestra puede dar lugar a una atomización incompleta y a la producción de hollín en el sistema de análisis, obteniendo finalmente resultados de medición falsos.

- ✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS. Comienza la rutina de medición con el retardo de titulación.**

7.4.6 Comprobación de la relación de división

Antes de una serie de medición, debe comprobarse la relación de división definida con una solución patrón y la desviación posible debe corregirse.

Se recomiendan las siguientes concentraciones de solución patrón:

Celda de medición	Concentración de solución patrón
"high concentration"	1 N HCl
"sensitive"	0,1 N HCl

1. Transportar 50 µl de la solución patrón sobre una estera de cerámica en una navecilla al horno caliente.
2. Realizar la determinación con el método:
 - Repetir tres veces la medición de la solución patrón arriba citada y determinar el promedio.
 - Calcular el factor de división F:

$$F = a_{soll} / \overline{a_{ist}}$$

a_{soll} ... contenido de CI absoluto esperado en μg

$\overline{a_{ist}}$... contenido de CI absoluto medio de las tres mediciones de solución patrón

- Introducir el factor calculado en el método en la pestaña CALIBRATION, en el campo de entrada DAILY FACTOR, y aceptar el valor con [ACCEPT] para las mediciones siguientes.



IMPORTANTE

Para determinar un factor de división nuevo, en la pestaña CALIBRATION del método el DAILY FACTOR debe ponerse en el valor 1.

7.4.7 Calcinación de navecillas de vidrio de sílice

Las navecillas de vidrio de sílice deben calcinarse

- Antes del primer uso
- Después de la limpieza de impurezas resistentes

Para ello, realizar la rutina de medición con navecillas de vidrio de sílice vacías.

7.5 Determinación de TIC/TOC con módulo de sólidos automático de TIC

7.5.1 Preparación del módulo de sólidos automático de TIC para el análisis



¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.

En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.

¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.

1. Colocar el módulo de sólidos automático de TIC a la derecha, al lado del equipo base. Desplazar el módulo de sólidos de TIC hacia la pared del equipo base hasta que los distanciadores rocen la pared del equipo.
2. Introducir las conexiones eléctricas y comprobar las conexiones de las mangueras (véase apartado "Colocación del módulo de sólidos automático de TIC" pág. 139).

Montaje del reactor de TIC en el tubo de cerámica y colocación en el horno de atomización



- | | | | |
|---|---------------------|---|-------------------|
| 1 | Tubo de cerámica | 4 | Anillo de presión |
| 2 | Acoplamiento | 5 | Reactor de TIC |
| 3 | Anillos obturadores | | |

Fig. 31 Elementos para la conexión del reactor de TIC y el tubo de cerámica


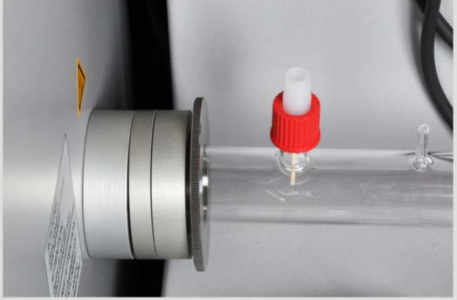






Montar al principio el acoplamiento con la obturación interior en el tubo de cerámica:

1. Desplazar el primer anillo de acoplamiento y un anillo obturador en el tubo de cerámica.

	<p>2. Colocar el segundo anillo y fijarlo con los tres tornillos de hexágono interior adjuntos. Apretar los tornillos uno tras otro.</p> <p>Atención: la rendija entre ambos anillos debe ser uniformemente de aprox. 1 mm de ancho.</p>
	<p>3. Colocar dos anillos obturadores en el acoplamiento.</p>
	<p>4. Enroscar el anillo grafilado dándole una media vuelta.</p>
	<p>5. Deslice el reactor en el acoplamiento hasta que roce el tubo de cerámica. Fijar el reactor de TIC apretando cuidadosamente el anillo grafilado.</p> <p>Atención: el reactor debe quedar centrado en el soporte.</p>
	<p>6. Introducir el tubo de cerámica en la abertura del horno de atomización y presionarlo en la obturación posterior. Las conexiones del reactor deben apuntar hacia arriba.</p>

Conexión del reactor y el cargador de muestras FPG 48

	<ol style="list-style-type: none"> Colocar la cánula de cerámica (1) en el puerto con la rosca de tornillo. Tensar la manguera de bombeo en el chasis de la bomba de manguera (2). El extremo de la manguera con la conexión al reactor debe apuntar hacia el reactor.
	<ol style="list-style-type: none"> Fijar la cánula de cerámica con el tapón roscado rojo.
	<ol style="list-style-type: none"> Comprobar que la junta cónica, las obturaciones y el tapón roscado estén montados en la manguera de bombeo.
	<ol style="list-style-type: none"> Enroscar la manguera de bombeo manualmente en el tapón roscado rojo.
	<ol style="list-style-type: none"> Conectar la salida de gas de medición (2) con el extremos superior del serpentín de condensación en la parte posterior del módulo de sólidos de TIC. Deslizar en la boquilla del reactor para el gas portador (3) la manguera para la alimentación de oxígeno (3 en Fig. 7 pág. 26). <p>Atención: Sujetar siempre el reactor con una mano mientras conecta las mangueras. Si se produce una presión unilateral demasiado</p>

	<p>fuerte en el cilindro de vidrio, el reactor de TIC puede romperse.</p> <p>8. Colocar la bandeja de reactivo con la botella de ácido en una bandeja colectora delante de la bomba de ácido.</p>
	<p>9. Desplazar el anillo de PTFE blanco al extremo del reactor de TIC.</p> <p>10. Colocar el cargador de muestras FPG 48 modificado (véase apartado "Reequipamiento del automuestreador FPG 48 " pág. 151) en el módulo de sólidos de TIC. El reactor de TIC con el anillo de PTFE se encuentra así en el borde del cargador de muestras. Centrar el cargador de muestras de modo que la navecilla de cerámica pueda desplazarse en línea recta al reactor y, en las mediciones de TOC pueda continuar hacia el horno. Entre el reactor de TIC y el cargador de muestras debe quedar una rendija de 2 – 4 mm para evitar tensiones provocadas por la dilatación térmica del tubo de cerámica.</p>
<p>11. Colocar a la derecha del FPG 48, debajo del riel de descarga, un recipiente para las navecillas de cerámica utilizadas.</p>	

7.5.2 Reactivos necesarios

Para la determinación de TIC se requieren los siguientes reactivos:

- Ácido ortofosfórico del 40% (para método diferencial recomendado)
- Ácido clorhídrico del 10% para determinaciones de TOC (para método directo)

7.5.3 Realización de determinación de TIC con el módulo de sólidos automático de TIC

1. Preparar ácido ortofosfórico en la botella de ácido del módulo de sólidos de TIC.
2. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de C/S, el módulo de sólidos automático de TIC y el FPG 48 con el interruptor principal.
✓ Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.
Nota: No encender el módulo de CI posiblemente presente.
3. Iniciar el programa multiWin.
4. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar "C" en la lista ELEMENTS.

- Hacer clic en la lista COMBUSTION TUBE en CERAMIC TUBE (CS).
 - Activar como STATES la opción SOLID.
 - Activar la opción EJECTION RAIL.
5. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].
 6. Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD NEW).

Seleccionar el parámetro de TIC (determinar sólo el contenido de TIC).

7. Ajustar después del periodo de calentamiento los siguientes flujos de gas:

pump	O₂	Ar/O₂*
aprox. 1,7 l/min corresponde a NOMINAL = 100 ± 5 en la ventana STATUS	1 l/min	1,5 l/min

***Atención:**


no se necesita argón para este funcionamiento. En el rotámetro "Ar/O₂" se ajusta oxígeno automáticamente.

El sistema de análisis tiene ahora tiempo de acondicionarse.



Si el flujo de aspiración se desviara en gran medida o se modificara después, reajustarlo en la válvula "pump" del multi EA 4000.

8. Pesar la muestra en una navecilla de cerámica.
9. Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].
10. Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.
11. Crear una secuencia de análisis.

- Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas.
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLE POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestras La ocupación del rack de muestras sólo puede realizarse con un número de posición ascendente. Pero no tiene que ser completa.
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA o BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón de calibración o la solución patrón AQA
Operandos	Indicación del peso neto

- Cargar el cargador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.

- Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar con el botón .

✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**

12. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

Nota: En mediciones con avance de muestras manual aparece, antes de comenzar cada medición, un ventana de entrada adicional para introducir el peso neto.

✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.**

- El dispositivo de toma de navecillas coge una navecilla del rack de muestras y la coloca en el gancho de cerámica.
- El gancho de cerámica desplaza la navecilla al reactor de TIC. Una vez que la navecilla se encuentre debajo de la cánula de cerámica comienza la adición automática de ácido. Durante el avance lento de la navecilla, toda la muestra se mezcla con ácido.
- El gas de medición con el TIC expulsado es conducido a través del secado y limpieza de gas de medición del módulo de sólidos automático de TIC al detector del módulo de C/S. Mediante la alimentación de oxígeno en la entrada del reactor de TIC se evita que salga gas de medición a través de la entrada abierta.

7.5.4 Determinación de TOC según el método diferencial con el módulo de sólidos automático de TIC (método recomendado)

1. Preparar ácido ortofosfórico del 40% en la botella de ácido del módulo de sólidos de TIC.
2. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de C/S, el módulo de sólidos automático de TIC y el FPG 48 con el interruptor principal.

✓ **Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.**

Nota: No encender el módulo de CI posiblemente presente.

3. Iniciar el programa multiWin.
4. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar "C" en la lista ELEMENTS.
 - Hacer clic en la lista COMBUSTION TUBE en CERAMIC TUBE (CS).
 - Activar como STATES la opción SOLID.
 - Activar la opción EJECTION RAIL.
5. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].
6. Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD - NEW).
Seleccionar el parámetro de TOC.
7. Ajustar después del periodo de calentamiento los siguientes flujos de gas:

pump	O ₂	Ar/O ₂
aprox. 1,7 l/min corresponde a NOMINAL = 100 ± 5 en la ventana STATUS	1 l/min	1,5 l/min


El sistema de análisis tiene ahora tiempo de acondicionarse.


Si el flujo de aspiración se desviara en gran medida o se modificara después, reajustarlo en la válvula "pump" del multi EA 4000.





8. Pesar la muestras en dos navecillas de cerámica.

Atención:

El peso neto en la navecilla 1 para la determinación de TIC sólo puede ser de máx. 50 mg. Cubrir la muestras con un poco de arena de sílice recocida. La arena de sílice mejora la humectación de la muestra con ácido.

9. Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].
10. Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.
11. Crear una secuencia de análisis.
 - Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas.
 - Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLE POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestras La ocupación del rack de muestras sólo puede realizarse con un número de posición ascendente. Pero no tiene que ser completa.
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón de calibración o la solución patrón AQA
OPERANDOS	Indicación del peso neto

- Cargar el cargador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
 - Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar con el botón .
 - ✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**
12. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

Nota:

En mediciones con avance de muestras manual aparece, antes de comenzar cada medición, un ventana de entrada adicional para introducir el peso neto.

- ✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.**

- El dispositivo de toma de navecillas coge la navecilla 1 del rack de muestras y la coloca en el gancho de cerámica.
- El gancho de cerámica desplaza la navecilla al reactor de TIC. Una vez que la navecilla se encuentre debajo de la cánula de cerámica comienza la adición automática de ácido. Durante el avance lento de la navecilla, toda la muestra se mezcla con ácido.
- El gas de medición con el TIC expulsado es conducido a través del secado y limpieza de gas de medición del módulo de sólidos automático de TIC al detector del módulo de C/S.
- Después se saca la navecilla 1 del reactor de TIC y se coloca en el riel de descarga.
- El cargador de muestras coge la navecilla 2 con la misma muestra del rack de muestras y la desplaza directamente a la zona caliente del horno. Aquí se realiza la atomización en el flujo de oxígeno. Así se determina el contenido de carbono total (TC).
- A continuación se representa la diferencia de los dos valores de medición (TC-TIC) y se ofrece como resultado de TOC en el programa.



IMPORTANTE

Durante pausas más largas de medición puede reducirse la alimentación de gas en el programa multiWin, pudiendo ahorrar gas. La alimentación de gas, sin embargo, debe estar garantizada a tiempo (aprox. 10 min) antes del inicio de la medición.

7.5.5 Medición de TOC con determinación directa



PRECAUCIÓN

Para la expulsión del TIC de la muestra, utilizar únicamente ácido de HCl. El ácido fosfórico no es apropiado para la determinación directa de TOC.

Realizar una medición como se indica a continuación:

1. Preparar ácido clorhídrico del 10% en la botella de ácido.
2. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de C/S, el módulo de sólidos automático de TIC y el FPG 48 con el interruptor principal.
 - ✓ **Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.**
- Nota:** No encender el módulo de CI posiblemente presente.
3. Iniciar el programa multiWin.
4. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar los ELEMENTS a analizar.
 - Si tanto el carbono/azufre como también el cloro están activados, hacer clic en la lista COMBUSTION TUBE en CERAMIC TUBE (CS).
 - Activar como STATES la opción SOLID.
 - Activar la opción EJECTION RAIL.
5. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].

- Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD NEW).

Seleccionar el parámetro IC/OC.

- Ajustar después del periodo de calentamiento los siguientes flujos de gas:


pump	O ₂	Ar/O ₂
aprox. 1,7 l/min corresponde a NOMINAL = 100 ± 5 en la ventana STATUS	1 l/min	1,5 l/min





El sistema de análisis tiene ahora tiempo de acondicionarse.

Si el flujo de aspiración se desviara en gran medida o se modificara después, reajustarlo en la válvula "pump" del multi EA 4000.

- Pesar la muestra en una navecilla de cerámica.
- Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].
- Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.
- Crear una secuencia de análisis.

- Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas.
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLE POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestras La ocupación del rack de muestras sólo puede realizarse con un número de posición ascendente. Pero no tiene que ser completa.
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón de calibración o la solución patrón AQS
Operandos	Indicación del peso neto

- Cargar el cargador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar con el botón .

✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**

- Hacer clic en [START MEASUREMENT].

Nota: En mediciones con avance de muestras manual aparece, antes de comenzar cada medición, un ventana de entrada adicional para introducir el peso neto.

✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.**

- El dispositivo de toma de navecillas coge una navecilla del rack de muestras y la coloca en el gancho de cerámica.
- El gancho de cerámica desplaza la navecilla al reactor de TIC. Una vez que la navecilla se encuentre debajo de la cánula de cerámica comienza la adición automática de ácido. Durante el avance lento de la navecilla, toda la muestra se mezcla con ácido.
- El gas de medición con el TIC expulsado es conducido a través del secado y limpieza de gas de medición del módulo de sólidos automático de TIC al detector del módulo de C/S.
- La misma navecilla es conducida después al horno para determinar el TOC (después de eliminar el TIC) por atomización en el flujo de oxígeno.

7.6 Determinación de TIC con el módulo de sólidos manual de TIC

7.6.1 Preparación del módulo de sólidos manual de TIC y el analizador

El módulo de sólidos manual de TIC sólo funciona en conexión el módulo de C/S. El gas de medición no es aspirado aquí con la bomba del equipo base a través del detector, sino que es expulsado con ácido en el sistema cerrado y conducido con el gas portador (oxígeno) al detector.

1. Desconectar la conexión "pump" y "analyte" entre el multi EA 4000 y el módulo de C/S. (El resto de las conexiones pueden quedarse igual).
2. Comprobar la colocación de las mangueras según el esquema de mangueras (véase Fig. 42 pág. 143 y Fig. 43 pág. 144).
3. Conectar el módulo de sólidos manual de TIC con el módulo de C/S:

Conexiones del módulo de C/S		Objetivo
"PC"	⇒	conexión USB para la conexión al ordenador
"scale"	⇒	báscula externa (opcional)
conector para enchufe de alimentación de red	⇒	alimentación de red
Conexión "analyte"	⇒	Módulo de TIC "analyte"
Otras conexiones del módulo de TIC		
"O ₂ "	⇒	conexión de gas para oxígeno con conexión rápida ajuste de la presión previa de oxígeno a 4– 6 bar
conector para enchufe de alimentación de red	⇒	alimentación de red



PRECAUCIÓN

Desconectar siempre la conexión "pump" entre el módulo de C/S y el multi EA 4000. De lo contrario podría aspirarse ácido fosfórico a través del sistema y los detectores resultarían dañados.

Para las mediciones de C/S deben volver a conectarse las conexiones de "pump".

7.6.2 Realización de la medición de TIC



IMPORTANTE

Utilizar sólo matraces de Erlenmeyer de 50 ml secos con un esmerilado normalizado NS 29/32 para los análisis.

La muestra debe estar triturada lo más fina posible y ser homogénea.

Además de las indicaciones de seguridad para el analizador multi EA 4000 en el apartado "Indicaciones de seguridad" pág. 11, las siguientes indicaciones son relevantes especialmente para el funcionamiento del módulo de sólidos manual:



ADVERTENCIA PARA EL MANEJO DE ÁCIDO FOSFÓRICO.

En el recipiente de reacción y en las mangueras de la alimentación de ácido hay ácido fosfórico. El ácido fosfórico irrita los ojos, la piel y las mucosas.

Dosificar lentamente con el dispensador para evitar un exceso de presión.

Utilizar guantes y gafas de protección al tratar con ácido fosfórico concentrado. Lavarse inmediatamente la piel afectada con agua.



PRECAUCIÓN: FUNCIONAMIENTO DEL AGITADOR MAGNÉTICO.

- No utilizar la placa calentada sin haberla supervisado.
- Evitar el sobrecalentamiento del baño ácido. Limitar la temperatura máxima a 80 °C.
- Colocar el matraz en el centro de la placa calentada para que el imán no golpee la pared del matraz.
- No ajustar la velocidad de agitado demasiado alta.

1. Llenar la botella de ácido con ácido fosfórico del 40 – 50%y colocarla en la pieza de plástico de la carcasa superior.
2. Enroscar el dispensador en la botella. Conectar la manguera de conducción de ácido a la válvula de la cabeza de TIC.
3. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo de C/S y el módulo de sólidos manual de TIC con el interruptor principal respectivamente.
 - ✓ **Los indicadores de estado se iluminan en las partes frontales de los equipos.**
4. Encender la placa calentada.

Regular la temperatura de la placa calentada con el interruptor giratorio. Se recomienda un ajuste de temperatura de aprox. 80 °C. Si se selecciona una temperatura demasiado alta, se evapora demasiada agua. Con una temperatura demasiado baja, la reacción dura más tiempo.
5. Iniciar el programa multiWin.
6. Cambiar entre los distintos módulos de analizador. Activar después los sensores:
 - Seleccionar el punto del menú DEVICE/DEVICE - EDIT.
 - Activar los ELEMENTS a analizar.
 - Activa en la lista COMBUSTION TUBE la opción CERAMIC TUBE (CS).
 - Activar como STATES la opción SOLID.
 - Activar la opción TIC MANUAL.
7. Inicializar el sistema haciendo clic en [INITIALIZE ANALYZER].
8. Cargar un método (punto del menú METHOD/METHOD - ACTIVATE) o crear un método nuevo (punto del menú METHOD/METHOD - NEW) con el parámetro de TIC (determinar únicamente el contenido de TIC).


Nota:
ajustar en el método en la pestaña PROCESS la temperatura del horno a 0°C. De este modo no se controla el horno de atomización y el analizador se activa para la medición.
9. Ajustar el flujo de oxígeno de la válvula a 16 l/h.



10. Pesar la muestra triturada finamente en el matraz de Erlenmeyer.

Nota: la muestra no puede quedarse adherirse a la pared del matraz durante el transporte. Sólo se cubre el fondo del matraz de Erlenmeyer con ácido. Las partes de la muestra que se adhieran a las paredes se pierden para el análisis.

11. Colocar con cuidado la varilla del agitador magnético en el matraz de Erlenmeyer y poner el matraz en el centro de la placa calentada.
12. Colocar la cabeza de TIC sobre el matraz. Girar el matraz y la cabeza de TIC y presionarlos ligeramente uno contra otro. La unión esmerilada tiene que ser hermética a los gases para que no se pierda nada del gas de medición.
13. Iniciar la medición haciendo clic en [START MEASUREMENT].
14. Crear o seleccionar un grupo de análisis en el que deben guardarse los datos de medición.
15. Crear una secuencia de análisis.

- Añadir a la tabla de muestras con  el número de muestras deseadas.
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
NAME	ID de la muestra Con  se puede crear una ID automática de la muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT O BOAT BLANK DETERMINATION)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para soluciones patrón de calibración o la solución patrón AQA
OPERANDOS	Indicación del peso neto

- Hacer clic en  en la línea de secuencia para activarla para el análisis. Todas las líneas de secuencia se pueden activar con el botón .

✓ **Las líneas de secuencia activadas para el análisis se ponen en verde.**

16. Hacer clic en [START MEASUREMENT].
17. Introducir el peso neto de la muestra en [mg].
18. Esperar al mensaje de disposición del analizador.
Antes de empezar la medición hay que acondicionar el analizador con oxígeno. Para ello tiene que purgarse el aire del matraz y el sistema de mangueras y sólo el oxígeno puede llegar al detector. Dependiendo del tamaño del matraz, este proceso puede durar hasta 2 min.
19. Hacer clic en [OK] después del mensaje "PLEASE PRESS 'OK' TO START INTEGRATION AND THEN ADD ACID!".
Dosificar después 2 ml de ácido fosfórico.
Poner lentamente el agitador al nivel 5. La muestra no puede proyectarse a las paredes del matraz. Evitar por tanto un movimiento brusco o demasiado rápido del agitador.
Añadir 2 ml de ácido de 1 a 3 veces, de forma homogénea cada vez (en función de la concentración y la cantidad de muestra).



IMPORTANTE

Como la liberación del CO₂ depende también de la velocidad de dosificación y de agitado del imán agitador, mantener siempre para cada medición el mismo ciclo y las mismas velocidades.

- ✓ **El analizador comienza procesando la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.**
- 20. Desconectar el imán agitador después de finalizar la medición y abrir el matraz: soltar la cabeza de TIC mediante un giro. Llevar el brazo portador hacia arriba, desplazarlo hacia atrás y fijarlo a esta posición.
- 21. Limpiar y secar el matraz.
- 22. Acoplar durante las pausas de medición un matraz de Erlenmeyer seco a la cabeza de TIC. Así se conserva el acoplamiento de oxígeno (acondicionamiento) y se libera al sistema de mangueras de los posibles restos de humedad a través del flujo de gas seco.
- 23. Mantener la placa calentada a temperatura constante. Apagar el regulador de temperatura cuando vaya a haber pausas de medición largas.

8 Mantenimiento y conservación

El mantenimiento y conservación del analizador se describen en este capítulo por módulos independientes. Tener en cuenta las indicaciones para todos los módulos conectados entre sí en el sistema.

8.1 Equipo base multi EA 4000

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Limpiar y conservar el equipo	semanalmente
Comprobar que todos los tornillos de fijación estén bien fijados	mensualmente
Comprobar que todas las conexiones de las mangueras estén bien colocadas	semanalmente

8.1.1 Limpiar y conservar el equipo

- Limpiar las jeringas de productos químicos (ácidos, soluciones de electrolito) inmediatamente con celulosa.
- Limpiar el equipo con un paño húmedo.



IMPORTANTE

No humedecer las indicaciones de seguridad en el equipo con disolventes. Sustituir las indicaciones de seguridad dañadas.

8.1.2 Comprobación de las conexiones de las mangueras

Para conectar las mangueras a los componentes individuales (trampa de halogenuro, tubo de secado, tubo de adsorción, etc.) se utilizan principalmente atornilladuras Swagelock de distintos tamaños y material.

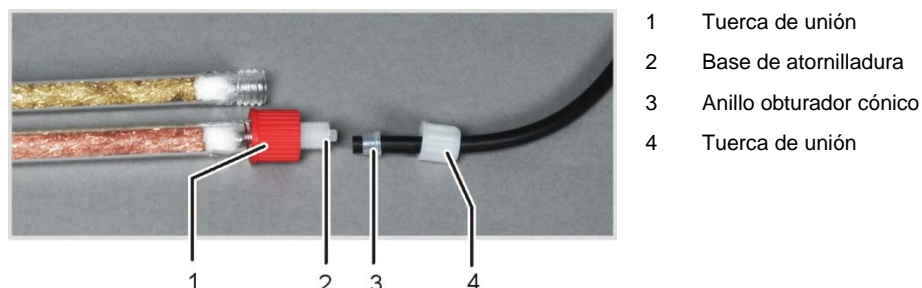


Fig. 32 Conexión de manguera en la trampa de halogenuro

- El lado cónico de la junta cónica apunta hacia el extremo de la manguera.
- Apretar las atornilladuras sin herramientas sólo con la mano.
- Colocar las tuercas de unión rectas sobre las roscas y no inclinarlas.

- Observar que las mangueras flexibles no se no plieguen ni se tuerzan.

8.2 Funcionamiento con el módulo de C/S

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Comprobar si el tubo de cerámica presenta fisuras y daños visibles, cambiar	cada tres meses
Comprobar y limpiar la trampa de polvo	mensualmente (según la atomización y la matriz de la muestra)
Cambiar el secante en el tubo de secado	según sea necesario (ennegrecimiento o apelmazamiento por la absorción de humedad)
Renovar la trampa de halogenuro	cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se tiña

8.2.1 Comprobación y cambio del tubo de cerámica



¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.

En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.

¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.



PRECAUCIÓN

Existe peligro de quemaduras en el horno de atomización. Realizar el desmontaje del tubo de atomización sólo cuando el equipo esté frío o dejar enfriar el equipo lo suficiente (mejor por la noche).

Desmontaje del tubo de cerámica

1. Dejar como mínimo 75 cm de espacio en el lado derecho del multi EA 4000. Apartar el FPG 48 o el avance manual.
2. Sacar la manguera para la alimentación de oxígeno de la trampa de gas.
3. Sujetar la trampa de gas y sacar con un pequeño giro el tubo de atomización de la obturación de la trampa de polvo, detrás en el horno de atomización.
4. Cuando el tubo esté suelto, sacarlo derecho.
5. Desenroscar los tornillos de hexágono interior y desmontar la trampa de gas. Quitar los anillos obturadores del tubo de cerámica.
6. Sacar el algodón de vidrio de sílice del tubo de cerámica.
7. Si el tubo de cerámica estuviera roto, abrir la trampa de polvo en la parte posterior del horno (véase apartado "Limpieza de la trampa de polvo" pág. 92) y sacar el segmento del tubo.

Atención:

Los calentadores de inmersión del horno no se pueden dañar al retirar trozos rotos.

Limpieza del tubo de cerámica

1. Soplar el polvo del tubo de cerámica con aire comprimido. Los depósitos se pueden eliminar con cepillo.
2. Aclarar el tubo de cerámica con agua ultrapura y dejar que se seque completamente.

Montaje del tubo de cerámica

Montar el tubo de cerámica según la descripción en el apartado "Montaje del tubo de cerámica en la trampa de gas y colocación en el horno de atomización" pág. 56.

8.2.2 Limpieza de la trampa de polvo

**¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.**

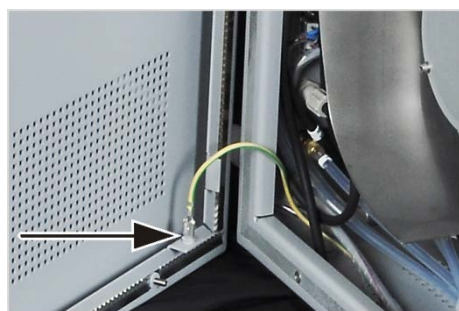
En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.

¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.

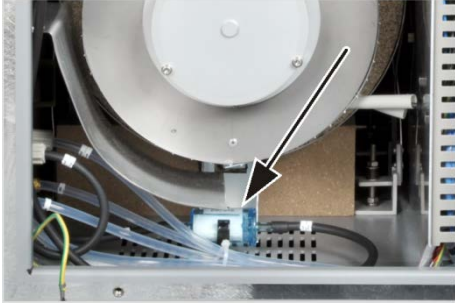
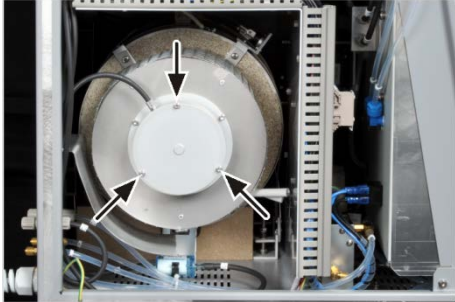
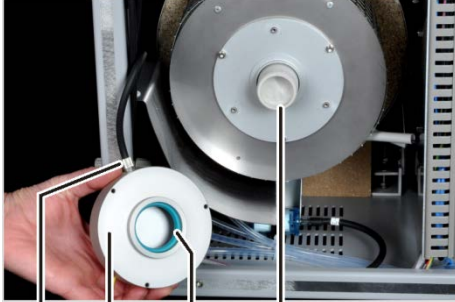
**PRECAUCIÓN**

Existe peligro de quemaduras en el horno de atomización. Realizar el desmontaje de la trampa de polvo sólo cuando el equipo esté frío o dejar enfriar el equipo lo suficiente (mejor por la noche).

El filtro de polvo montado detrás de la trampa sirve como indicador para la limpieza de la trampa de polvo. Comprobar mensualmente si el filtro de polvo está sucio. Si así fuera, cambiar el filtro de polvo y limpiar la trampa de polvo.



1. Apague el multi EA 4000 por medio del interruptor principal y extraiga el enchufe de alimentación de red.
2. Abra la pared lateral izquierda del analizador. Desatornille los cuatro tornillos de sujeción; los tornillos son imperdibles y permanecen en la pared. Retire el terminal de tierra protector y coloque la pared lateral en el suelo de forma segura.

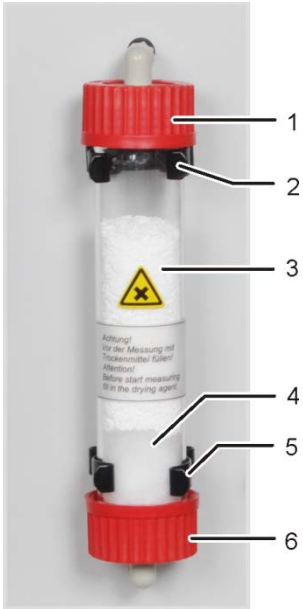
	<p>3. Comprobar el filtro de polvo. Si estuviera sucio, cambiarlo y limpiar la trampa de polvo como se describe debajo. Si el filtro de polvo estuviera limpio no es necesario realizar el mantenimiento de la trampa de polvo.</p>
	<p>4. Desenroscar los tres tornillos de hexágono interior que sujetan la trampa de polvo y desmontar la trampa.</p>
 <p>1 Boquilla de gas 2 Trampa de polvo 3 Anillo obturador 4 Tubo de cerámica con lana de vidrio de sílice</p>	<p>5. Desenroscar la tuerca de unión en la boquilla de gas y sacar la manguera. Limpiar la boquilla de gas.</p> <p>6. Sacudir el polvo de la trampa de polvo o retirarlo con un pincel.</p> <p>7. Controlar el anillo obturador y sustituirlo si estuviera dañado. Observar la posición de montaje del anillo obturador. El lado cerrado debe apuntar hacia afuera (hacia el usuario). El lado abierto debe apuntar hacia la trampa de polvo.</p> <p>8. Volver a colocar la trampa de polvo y enroscarla para que vuelva a quedar hermética a los gases.</p> <p>Atención: La manguera de gas de medición debe volver a apuntar hacia arriba a la izquierda; véase la imagen de arriba.</p>
<p>9. Conectar el terminal de tierra protector a la pared lateral y fijar la pared lateral.</p> <p>10. Si el tubo de cerámica en el lado derecho se ha desplazado del acoplamiento de la trampa, volver a introducirlo con un ligero giro (véase apartado "Montaje del tubo de cerámica en la trampa de gas y colocación en el horno de atomización" pág. 56).</p>	

8.2.3 Cambio del secante en el tubo de secado

Los tubos de secado se utilizan en las siguientes agrupaciones de medición:

- ❑ Medición de C/S en el equipo base multi EA 4000
- ❑ Medición de TIC en los módulos de TIC correspondientes

El secante debe cambiarse cuando la absorción de agua sea visible. Si el secante se hubiera teñido por hollín u otras partículas, éste debe cambiarse inmediatamente.

	<ol style="list-style-type: none">1. Desenroscar los tapones del tubo de vidrio. Atención: las obturaciones no se pueden perder y deben volver a montarse del mismo modo.2. Retirar el secante y la lana de vidrio de sílice.3. Aclarar el tubo de vidrio y secarlo.4. Cerrar el extremo del tubo de vidrio con aprox. 2 cm de espesor de lana de vidrio de sílice.5. Llenar el tubo de vidrio con 50 – 60 g de secante fresco (perclorato de magnesio).6. Enroscar el tubo de vidrio y volver a presionarlo en el soporte. No doblar las mangueras.
<p>1; 6 Tapones de rosca 2; 5 Pinzas de retención 3 Secante (perclorato de magnesio) 4 Lana de vidrio de sílice</p>	

8.2.4 Renovación de la trampa de halogenuro

Las trampas de halogenuro se utilizan en las siguientes agrupaciones de medición:

- ❑ Medición de TC en el equipo base multi EA 4000
- ❑ Medición de Cl en el módulo de Cl
- ❑ Medición de TIC en los módulos de TIC correspondientes



PRECAUCIÓN

Se pueden producir daños en las piezas electrónicas y ópticas (detectores, sensores de flujo) provocados por productos de atomización agresivos en caso de que la lana de cobre esté gastada en la trampa de halogenuro.

Sustituir todo el relleno de la trampa de halogenuro, como máximo cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se hayan teñido.

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Sacar el tubo en U del soporte. 2. Desenroscar las tuercas de unión rojas del tubo en U y extraer el tubo en U de las pinzas (3). 3. Extraer la lana de cobre y de latón gastada del tubo en U con unas pinzas o con un pequeño gancho. 4. Inspeccionar el tubo en U respecto a eventuales fisuras. <p><u>Nota:</u> Reutilizar sólo un tubo en U totalmente intacto.</p> <ol style="list-style-type: none"> 5. En caso necesario, lavar el tubo en U con agua ultrapura y dejar que se seque completamente. 6. Introducir la lana de cobre y de latón nueva en el tubo en U utilizando unas pinzas o un pequeño gancho. <p><u>Nota:</u> sustituir todo el contenido del tubo en U. Cerciorarse de que al llenar la trampa de halogenuro, la lana de cobre y de latón no esté demasiado apretada y que no se produzcan cavidades grandes dentro del tubo en U.</p> <ol style="list-style-type: none"> 7. Cubrir la lana de latón y de cobre con un tapón de algodón. 8. Presionar el tubo en U relleno con cuidado en las pinzas. 9. Cerrar la entrada de gas en el lado con lana de cobre y la salida de gas en el lado con lana de latón.
<ol style="list-style-type: none"> 1 Entrada de gas 2 Salida de gas 3 Lana de cobre 4 Lana de latón 5 Pinza 	

8.3 Funcionamiento con el módulo de CI

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Retirar las jeringas de productos químicos de la carcasa	inmediatamente
Controlar el tubo de atomización y cambiarlo si fuera necesario	después de aprox. 100 horas de funcionamiento
Limpiar la celda de medición	semanalmente como mínimo recomendación: limpiar al cambiar el electrolito
Cambiar solución de electrolito	según sea necesario, mín. 1x diario por medición
Cambiar el ácido sulfúrico	con el descenso del ácido sulfúrico por debajo del 70 %, es decir, cuando el volumen de ácido aumenta en 1/3
Renovar la trampa de halogenuro	cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se tiña
Renovar el adsorbente	semanalmente (cada 40 horas de funcionamiento)

Cambiar la lana de cobre y de latón en la trampa de halogenuro cuando se cambie la trampa de halogenuro en el equipo base multi EA 4000 (→ véase apartado "Renovación de la trampa de halogenuro" pág. 95).

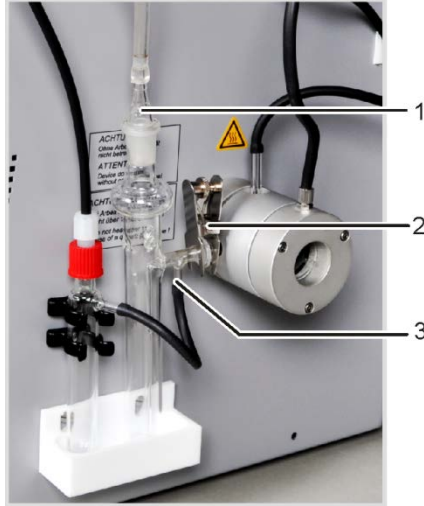
8.3.1 Cambio del ácido sulfúrico y limpieza del recipiente de ácido sulfúrico



ADVERTENCIA

El ácido sulfúrico concentrado utilizado en el recipiente de ácido sulfúrico como secante puede provocar abrasiones graves.

Llevar la ropa de protección adecuada al trabajar con el recipiente de ácido sulfúrico.

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Sacar la oliva de vidrio (1) del recipiente de ácido sulfúrico. 2. Si se utiliza un recipiente con salida dividida: sacar la manguera negra (3) del bypass del recipiente de ácido sulfúrico. 3. Sacar la pinza en forma de horquilla (2) y separar la junta esmerilada esférica. 4. Sacar con cuidado el recipiente de ácido sulfúrico de la bandeja colectora. 5. Vaciar el ácido sulfúrico con cuidado. Observar las indicaciones para tratar con ácido sulfúrico concentrado.
<ol style="list-style-type: none"> 6. Aclarar el recipiente de ácido sulfúrico con una pequeña cantidad de ácido sulfúrico fresco. Si hubiera suciedad resistente, aclararlo varias veces con agua destilada y dejar que se seque completamente. 7. Llenar el recipiente de ácido sulfúrico con aprox. 15 ml de ácido sulfúrico concentrado y conectarlo según el apartado "Conexión del recipiente de ácido sulfúrico" pág. 66. 	

8.3.2 Mantenimiento y cambio del tubo de atomización de vidrio de sílice



¡ADVERTENCIA! DESCARGA ELÉCTRICA.

En el horno de combustión se producen tensiones eléctricas que constituyen un riesgo para la vida. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes bajo tensión.

¡Encienda el analizador sólo con el tubo de combustión montado! Para realizar medidas de reequipamiento o mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión, apague siempre el analizador mediante el interruptor principal e interrumpa la alimentación de red del EA 4000 desconectando el enchufe.



ADVERTENCIA

El ácido sulfúrico concentrado utilizado en el recipiente de ácido sulfúrico como secante puede provocar abrasiones graves.

Llevar la ropa de protección adecuada al trabajar con el recipiente de ácido sulfúrico.



PRECAUCIÓN

Existe peligro de quemaduras en el horno de atomización. Dejar que el equipo se enfríe durante suficiente tiempo antes de montar el tubo de atomización.





PRECAUCIÓN

Mediante sales alcalinas (sudor en la mano) se producen cristalizaciones en el vidrio de sílice al calentar el horno de atomización. Éstas provocan una disminución de la vida útil del tubo de atomización.

Intentar no tocar el tubo de atomización limpio con la mano. Utilizar guantes de protección para el montaje de la trampa en el tubo de atomización.

En caso necesario, limpiar el exterior del tubo de atomización con etanol antes de colocarlo en el horno de atomización.

<p>1. Apagar el equipo base con el interruptor de red, desenchufar el enchufe de alimentación de red de la toma de corriente y cortar la alimentación de gas.</p>	
 <p>1 Pinza en forma de horquilla 2 Boquilla para la alimentación de oxígeno 3 Conexión para argón</p>	<p>2. Sacar la oliva de vidrio del recipiente de ácido sulfúrico. Al utilizar el recipiente de seguridad, hay que sacar la manguera del recipiente de seguridad fuera del bypass del recipiente de ácido.</p> <p>3. Retirar la pinza en forma de horquilla (1) y aflojar la junta esmerilada esférica entre la salida de gas del tubo de vidrio de sílice y el recipiente de ácido sulfúrico.</p> <p>4. Retirar con cuidado el recipiente de ácido y vaciarlo.</p> <p>5. Sacar la manguera de gas de la boquilla de entrada de gas del tubo de vidrio de sílice (2). Desenroscarla al utilizar el sensor de llama (véase también el apartado "Conexión del sensor de llama (opcional)" pág. 66).</p> <p>6. Aflojar la tuerca de unión en la conexión de argón de la trampa de gas (3) y sacar la manguera.</p> <p>7. Sujetar la trampa de gas y sacar el tubo de vidrio de sílice del horno de atomización.</p>
	<p>8. Desenroscar los tornillos de hexágono interior y desmontar la trampa de gas.</p> <p>9. Sacar la lana de vidrio de sílice del tubo con ayuda de un gancho.</p>
<p>10. Comprobar que el tubo de vidrio de sílice no presente una cristalización excesiva, fisuras o desprendimientos.</p> <p>Nota: Volver a utilizar sólo tubos intactos.</p> <p>11. Aclarar el tubo y secarlo.</p> <p>12. Introducir aprox. 2,5 cm de lana de vidrio de sílice en la entrada del tubo de vidrio de sílice y empujarla con un gancho hasta el extremo del tubo.</p> <p>13. Montar después la trampa de gas y colocar el tubo de atomización en el horno. Volver a conectar todas las conexiones de gas (véase apartado "Preparación del multi EA 4000 para mediciones de Cl" pág. 64).</p>	

8.3.3 Mantenimiento del electrodo combinado



PRECAUCIÓN

El electrodo combinado puede ser destruido por detergentes o abrasivos.

El electrodo combinado sólo se puede limpiar con etanol o agua destilada. Está prohibido el uso de detergentes corrosivos o abrasivos.

Un secado del electrolito en el electrodo combinado puede provocar una reducción irreversible de la sensibilidad y/o dañar el electrodo. Prestar atención a que el electrolito del electrodo combinado no se seque nunca:

- Con pausas de funcionamiento breves (de un día a otro):
conservar el electrodo en la solución de electrolito.
- Con puestas fuera de servicio durante varios días:
aclarar el electrodo combinado con agua ultrapura y con etanol. Deje que el electrodo remueva un recipiente con etanol durante toda la noche. Secar al final el electrodo combinado con celulosa y conservarlo en seco.





IMPORTANTE

El electrodo combinado consta de materiales cerámicos y es especialmente sensible en el área de las fusiones del electrodo.

Manejar el electrodo combinado con mucho cuidado. No está sujeto a la garantía como pieza de desgaste.

La extracción de la tapa de la celda de medición y la conexión al gas de medición puede provocar, si se hace de forma errónea, mucho desgaste mecánico y la rotura de la conexión eléctrica del electrodo combinado.

<p style="text-align: center;">Correcto</p>  <p style="text-align: center;">Sujetar el electrodo desde arriba y sacarlo de la tapa derecho y hacia arriba.</p>	<p style="text-align: center;">Erróneo</p>  <p style="text-align: center;">No tirar ni sacudir el manguito de unión lateral para las conexiones eléctricas. Las uniones en el manguito se rompen (no visible desde fuera).</p>
---	--

<p style="text-align: center;">Correcto</p>  <p style="text-align: center;">Introducir la manguera de gas de medición sólo aprox. 1 cm en el electrodo. De esta forma se crea la hermeticidad al gas.</p>	<p style="text-align: center;">Erróneo</p>  <p style="text-align: center;">Si introduce la manguera demasiado en el electrodo, se adhiere por succión al electrodo. Al tirar hacia abajo de la manguera puede romperse el electrodo.</p>
---	---

8.3.4 Mantenimiento de las celdas de medición

Como durante la medición se produce la evaporación de los componentes del electrolito debido a la entrada de gases de reacción calientes, se recomienda un cambio diario de la solución de electrolito:

1. Retirar el electrolito gastado.
2. Aclarar la celda de medición y la varilla del agitador magnético con agua destilada o etanol.
3. Después, secar con cuidado la celda de medición y la varilla del agitador magnético con celulosa para evitar posibles sedimentos de cloruro de plata.
4. Volver a llenar la celda de medición con electrolito (véase apartado "Preparación de la celda de medición").

Tener en cuenta las indicaciones siguientes:

- Si el sistema se pone fuera de servicio durante varios días, limpiar la celda de medición y conservarla en seco.
- Comprobar con regularidad si el revestimiento de la varilla del agitador magnético presenta fisuras. Los iones de metal que llegan a la solución de electrolito pueden alterar el análisis.
- Evitar la entrada de líquido en el bloque agitador y de refrigeración y en los contactos de conexión (peligro de cortocircuito).

8.3.5 Renovación del adsorbente



1. Apagar el equipo base y el módulo de CI con el interruptor de red. Apagar la alimentación de gas.
2. Sacar el tubo de adsorción del soporte.
3. Desenrosque los tapones roscados del tubo de vidrio.
4. Retirar los tapones de algodón y vaciar el adsorbente.
5. Cerrar el lado del tubo de vidrio con algodón y llenar y llenar con adsorbente.
6. Cerrar el tubo de vidrio con algodón.
7. Volver a enroscar el tubo de adsorción lleno con la mano.
8. Volver a presionar el tubo de adsorción en el soporte.

Atención:

No torcer ni doblar las mangueras.

8.4 Funcionamiento con el módulo de sólidos automático de TIC

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Retirar las jeringas de productos químicos de la carcasa	inmediatamente
Limpiar el reactor de TIC	diariamente, cuando haya suciedad visible
Cambiar el secante en el tubo de secado	según sea necesario (ennegrecimiento o apelmazamiento por la absorción de humedad)
Cambiar la trampa de halogenuro	según sea necesario, cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se tiña
Comprobar si el serpentín de condensación presenta daños	después de 3 meses
Limpiar el serpentín de condensación	según sea necesario, como máximo después de 12 meses
Comprobar si el recipiente de condensación presenta daños	después de 3 meses
Limpiar el recipiente de condensación	según sea necesario, como máximo después de 12 meses
Sustituir la bomba dosificadora, la manguera de bombeo	después de 3 meses
Sustituir la bomba de condensación, la manguera de bombeo	después de 3 meses

Cambiar el secante en el tubo de secado del mismo modo que en el equipo base multi EA 4000 (→ véase apartado "Cambio del secante en el tubo de secado" pág. 94).

Cambiar la lana de cobre y de latón en la trampa de halogenuro cuando se cambie la trampa de halogenuro en el equipo base multi EA 4000 (→ véase apartado "Renovación de la trampa de halogenuro" pág. 95).

8.4.1 Limpieza del reactor de TIC del módulo de sólidos automático de TIC



ADVERTENCIA

El ácido fosfórico utilizado para la expulsión del TIC o el ácido clorhídrico pueden provocar abrasiones graves.

Utilizar guantes y gafas de protección al tratar con ácido concentrado. Aclarar inmediatamente la piel afectada.

1. Apagar el equipo base y el módulo de sólidos de TIC con el interruptor de red. Apagar la alimentación de gas.
2. Dejar que el equipo se enfríe lo suficiente (como mínimo 2 h).
3. Desplazar el FPG 48 aprox. 30 cm hacia la derecha para tener espacio para desmontar el reactor de TIC.



Atención: al sacar las mangueras de las conexiones, sujetarlas con una mano. Si se ejerce una presión unilateral, el reactor puede romperse. También existe la posibilidad de sacar el reactor del acoplamiento y después quitar las mangueras.

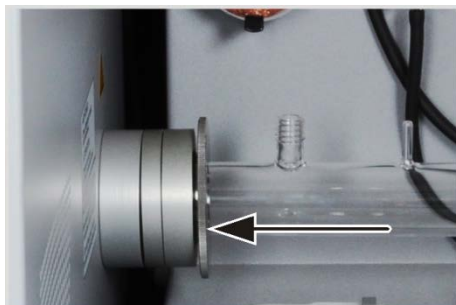
4. Desenroscar la conexión para la alimentación de ácido. Sacar la cánula de cerámica de la boquilla.

Precaución Observar que el ácido de la manguera no gotee sobre el equipo.

5. Aclara la cánula de cerámica con agua ultrapura y secar con celulosa.

Atención: la cánula de cerámica es muy frágil.

6. Sacar las mangueras para la alimentación de argón y oxígeno.
7. Colocar aparte el recipiente de ácido y la bandeja colectora.



8. Sujetar los anillos de unión y girar el anillo grafilado en el sentido contrario a las agujas del reloj. De este modo se afloja la obturación alrededor del reactor.

9. Sacar el reactor de la obturación de los anillos de unión.

10. Controlar si el reactor tiene fisuras y roturas.

Nota:

Utilizar sólo reactores intactos.

11. Limpiar el reactor con un disolvente apropiado y un cepillo y/o celulosa.
12. Aclarar el reactor con agua ultrapura y secarlo.
13. Volver a introducir el reactor en el acoplamiento y fijarlo apretando el anillo grafilado.
14. Fijar las conexiones de gas y ácido en el reactor y volver a colocar el FPG 48 (véase apartado "Conexión del reactor y el cargador de muestras FPG 48" pág. 78 y "Reequipamiento del automuestreador " pág. 151).

8.4.2 Limpiar el serpentín de condensación

1. Apagar el equipo base y el módulo de sólidos automático de TIC con el interruptor de red, desenchufar el enchufe de alimentación de red del módulo de sólidos de TIC de la toma de corriente y cortar la alimentación de gas.
2. Colocar aparte el FPG 48, quitar el recipiente de ácido y la bandeja colectora y desmontar el reactor de TIC.
3. Girar el módulo de sólidos de TIC de modo que se pueda acceder a la parte posterior.



4. Quitar las mangueras del serpentín de condensación.
5. Sacar el serpentín de condensación con cuidado del soporte.
6. Comprobar que el serpentín de condensación no presente depósitos ni roturas.
7. Aclarar el serpentín de condensación con agua ultrapura, en caso necesario, y dejarlo secar completamente.
8. Volver a presionar el serpentín de condensación en el soporte en la parte posterior del módulo de sólidos de TIC.
9. Conectar la manguera n.º 72 (desde el reactor) a la conexión superior del serpentín de condensación.
10. Conectar la manguera n.º 73 (para el recipiente de condensación) a la conexión inferior del serpentín de condensación.

11. Volver a girar el módulo de sólidos de TIC a la posición original.
12. Volver a montar el reactor de TIC y el FPG 48 (véase apartado "Conexión del reactor y el cargador de muestras FPG 48" pág. 78 y "Conexión y utilización del " pág. 145).

8.4.3 Desmontaje y sustitución de la manguera de bombeo

Bomba de ácido



ADVERTENCIA

En la manguera de bombeo hay ácido fosfórico o ácido clorhídrico (según la aplicación). Los ácidos irritan los ojos, la piel y las mucosas.

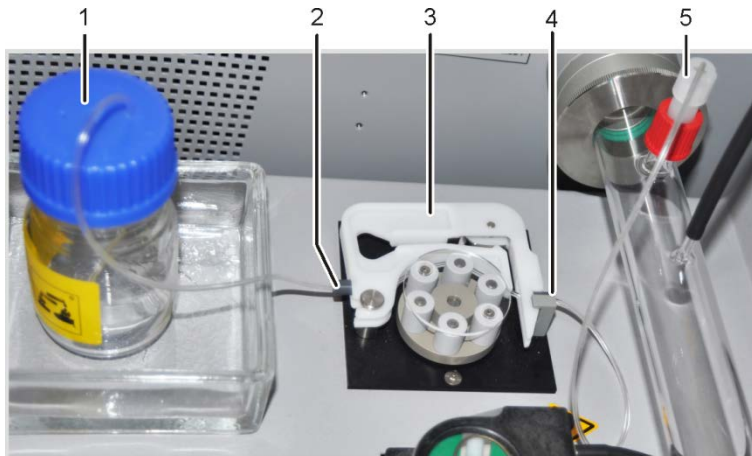
Utilizar guantes y gafas de protección al tratar con ácido concentrado. Aclarar inmediatamente la piel afectada.

Cambiar la manguera de bombeo en la bomba de chasis del modo siguiente:

1. Extraer la manguera de la botella de ácido. Poner aparte la botella de ácido y la bandeja colectora.
2. Desenroscar la manguera de bombeo del reactor.
3. Abrir el chasis de la manguera y sacar la manguera de bombeo.



4. Sacar los elementos de obturación y la tuerca de unión blanca de la manguera de bombeo desgastada.
5. Introducir los elementos de obturación en el orden indicado en la manguera de bombeo nueva.


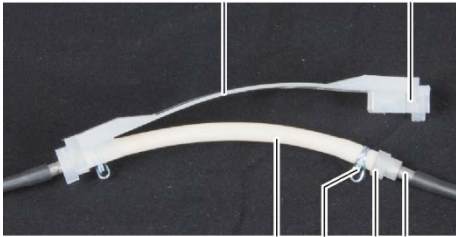



- 1 Botella de ácido fosfórico
- 2, 4 Topes en la manguera de bombeo
- 3 Chasis de la manguera
- 5 Conexión de manguera en el reactor de TIC

6. Tensar la manguera de bombeo entre ambos topes de plástico en el chasis de la manguera.
7. Colocar el chasis de la manguera en la bomba y hacer que encajen.
8. Enroscar la manguera de bombeo en el reactor de TIC.
9. Colocar el recipiente de ácido en la bandeja colectora en el módulo de TIC. Introducir el otro extremo de la manguera de bombeo en un orificio del recipiente de ácido.

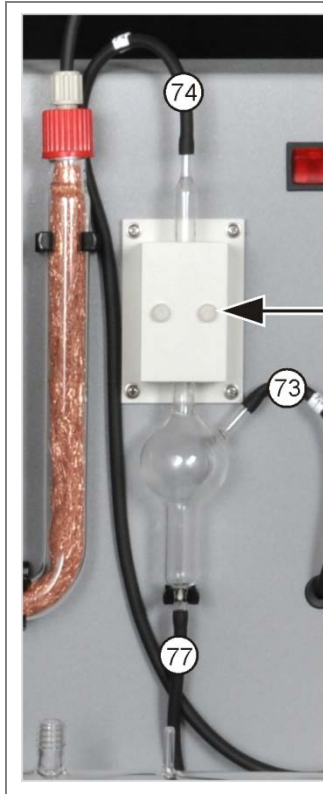
Bomba de condensación

Comprobar la hermeticidad de la manguera de bombeo cada tres meses. Cambiar la manguera de bombeo anualmente.

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Presionar la abrazadera en la bomba de condensación hacia la izquierda. 2. Extraer las dos mangueras n.º 77 y 78 de las conexiones. 												
<ol style="list-style-type: none"> 3. Retirar la correa con la manguera de bombeo del cuerpo de la bomba. 4. Comprobar que la manguera de bombeo y las conexiones no presenten huellas de desgaste ni fisuras. <p><u>Nota:</u> Si se escapa humedad de la manguera de bombeo o de las conexiones, es necesario sustituir la manguera de bombeo.</p> <ol style="list-style-type: none"> 5. Limpiar el cuerpo de la bomba y el portapolea con agua ultrapura. 6. Comprobar que el cuerpo de la bomba y el portapolea no presenten desgaste. <p><u>Nota:</u> Si el cuerpo de la bomba y el portapolea están dañados, ponerse en contacto con el servicio técnico.</p>													
 <table border="0" data-bbox="316 1473 778 1630"> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>Correa</td> <td>4</td> <td>Guía de manguera</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>Ranura</td> <td>5</td> <td>Pinza para manguera</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>Boquilla de metal</td> <td>6</td> <td>Manguera de bombeo</td> </tr> </tbody> </table>	1	Correa	4	Guía de manguera	2	Ranura	5	Pinza para manguera	3	Boquilla de metal	6	Manguera de bombeo	<ol style="list-style-type: none"> 7. Presionar la manguera de bombeo nueva e intacta en la correa. <p><u>Nota:</u> Durante el montaje, las pinzas de la manguera deben estar giradas hacia abajo. Introducir la guía de manguera en la ranura de la correa.</p>
1	Correa	4	Guía de manguera										
2	Ranura	5	Pinza para manguera										
3	Boquilla de metal	6	Manguera de bombeo										
	<ol style="list-style-type: none"> 8. Colocar la correa alrededor del cuerpo de la bomba. 9. Presionar la correa con una mano hacia la arriba y con la otra mano girar la abrazadera hacia la derecha hasta que quede encajada. 10. Introducir las mangueras n.º 77 y 78 nuevamente en las boquillas correspondientes. 												

8.4.4 Limpieza del recipiente de condensación

Limpiar el recipiente de condensación según sea necesario:



1. Aflojar los 2 tornillos moleteados (flecha) de la tapa del bloque de refrigeración y retirar la tapa.
2. Extraer las mangueras de las conexiones del recipiente de condensación.
3. Comprobar que el recipiente de condensación no presente depósitos ni fisuras.
4. Lavar, en caso necesario, el recipiente de condensación con agua ultrapura.
5. Fijar las mangueras según se indica en la imagen de al lado:
 - Manguera n.º 73 (desde el extremo inferior del serpentín de condensación en la parte posterior) en la entrada lateral del recipiente de condensación
 - Manguera n.º 77 (para la bomba de condensación) en la salida inferior
 - Manguera n.º 74 (para el recipiente de secado) en la salida superior

Introducir las mangueras aprox. 1 cm en las boquillas de vidrio del recipiente de condensación.

8.5 Módulo de sólidos manual de TIC

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Retirar las jeringas de productos químicos de la carcasa	inmediatamente
Limpiar el reactor de TIC (matraz de Erlenmeyer)	después de cada muestra
Cambiar el secante en el tubo de secado	según sea necesario (ennegrecimiento o apelmazamiento por la absorción de humedad)
Renovar la trampa de halogenuro	cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se tiña
Cambiar las trampas de agua	según sea necesario, como máximo después de 3 meses

Cambiar el secante en el tubo de secado del mismo modo que en el equipo base multi EA 4000 (→ véase apartado "Cambio del secante en el tubo de secado" pág. 94).

Cambiar la lana de cobre y de latón en la trampa de halogenuro cuando se cambie la trampa de halogenuro en el equipo base multi EA 4000 (→ véase apartado "Renovación de la trampa de halogenuro" pág. 95).

8.5.1 Limpieza del reactor de TIC en el módulo de sólidos manual de TIC

Lavar el reactor de TIC (matraz de Erlenmeyer) con agua ultrapura después de cada análisis. A continuación, secarlo completamente (véase también "Realización de la medición de TIC" pág. 86).

8.6 Sustitución de las trampas de agua



IMPORTANTE

Las trampas de agua (prefiltro de TC y filtro de retención desechable) se pueden sustituir estando el equipo encendido, pero no durante una medición. Sustituir siempre las dos trampas de agua.

Las trampas de agua sólo cumplen su función si se colocan en el orden y la forma especificados.

Sustituir las trampas de agua dependiendo de la matriz de la muestra o como máximo después de 6 meses como se indica a continuación:



1. Sacar las trampas de agua de las pinzas de sujeción.
2. Sacar las conexiones de las manguera de las trampas de agua.
3. Montar las trampas de agua nuevas.

Nota:

La inscripción "INLET" en la trampa de agua grande (trampa de aerosoles) debe señalar hacia abajo y la inscripción de la trampa de agua pequeña (filtro de retención desechable) hacia arriba (flechas en la imagen a la izquierda)

4. Conectar la trampa de agua grande a la manguera n.º 8.
5. Conectar la trampa de agua pequeña a la manguera n.º 9.
6. Presionar las trampas de agua dentro de las pinzas en la pared del equipo.

9 Solución de errores

9.1 Indicaciones generales

Para el análisis de errores se pueden registrar archivos de protocolo. El registro de los archivos de protocolo debería activarse en caso de errores especiales de acuerdo con el servicio técnico de Analytik Jena AG.

El lugar de almacenamiento de los archivos de protocolo se puede definir mediante el menú EXTRAS/CONFIGURATION y la pestaña ERROR ANALYSIS.

Los lugares de almacenamiento predeterminados para los archivos de protocolo de multiWin, mul-tiWin_Exception.log y multiWin_trace.log, son

- En Windows XP:
C:\Dokumente und Einstellungen\All Users\Anwendungsdaten\ajIDC\multiWin\
 - Y en Windows Vista/7:
C:\ProgramData\ajIDC\multiWin\
 - En Windows XP:
C:\Dokumente und Einstellungen\All Users\Anwendungsdaten\ajIDC\multiWin\...\Gerätenummer
 - Y en Windows Vista:
C:\ProgramData\ajIDC\multiWin\...\Gerätenummer

Los lugares de almacenamiento predeterminados para los archivos de protocolo del equipo, multi-Win_ERROR.log (el registro se activa siempre automáticamente), multi-Win_Comm.log y multiWin_Flow.log, son

- En Windows XP:
C:\Dokumente und Einstellungen\All Users\Anwendungsdaten\ajIDC\multiWin\...\Gerätenummer
- Y en Windows Vista:
C:\ProgramData\ajIDC\multiWin\...\Gerätenummer



IMPORTANTE

Si no puede solucionar algunos errores, informar siempre al servicio técnico de Analytik Jena AG. También en el caso de que algunos errores se produzcan repetidas veces.

Para el diagnóstico de errores es necesario enviar los archivos correspondientes por correo electrónico al servicio técnico de Analytik Jena AG.

9.2 Mensajes de error en multiWin

Mensaje de error		
1	No response of firmware!	
	Causa	Solución
	El módulo de control y el equipo base no están encendidos	– Encender el módulo de control y el equipo base
	Módulo de control no conectado al ordenador	– Comprobar la conexión módulo de control-ordenador
	Selección incorrecta de interfaz del ordenador	– Comprobar la interfaz conectada en el ordenador – En caso necesario, seleccionar otra interfaz en multiWin a través del punto de menú EXTRAS/INTERFACE – Inicializar
2	Serial interface not available!	
	Causa	Solución
	Problemas de comunicación	– Desconectar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volver a conectarla después de aprox. 10 s – Inicializar
3	Serial interface not accessible!	
	Causa	Solución
	Problemas de comunicación	– Desconectar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volver a conectarla después de aprox. 10 s – Inicializar
4	Unknown connection type!	
	Causa	Solución
	Problemas de comunicación	– Desconectar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volver a conectarla después de aprox. 10 s – Inicializar
5	Error while opening the interface!	
	Causa	Solución
	Problemas de comunicación	– Desconectar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volver a conectarla después de aprox. 10 s – Inicializar

7	Operating system error: Not authorized accesses!	
	Causa	Solución
	Finalización indefinida de multiWin	<ul style="list-style-type: none"> – Finalizar multiWin – Desconectar el cable USB y volver a conectarlo después de aprox. 10 s – Reiniciar el sistema operativo (ordenador) – Reiniciar el firmware (módulo básico) – Reiniciar multiWin
11	No response to signal	
	Causa	Solución
	Caída del firmware	<ul style="list-style-type: none"> – Finalizar multiWin – Apagar el analizador – Desconectar el cable USB entre el ordenador y el módulo de control y volver a conectarlo después de aprox. 10 s – Reiniciar el sistema operativo (ordenador) – Encender el analizador – Iniciar multiWin
12	Signal echo received, check interface selection	
	Causa	Solución
	Selección incorrecta de interfaz	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la selección de interfaz
14	Data transfer interrupted	
	Causa	Solución
	Sin transferencia de datos desde hace 10 s	<ul style="list-style-type: none"> – Inicializar
17	Falsche Schnittstellen Protokoll ID	
	Causa	Solución
	Error después de la actualización (las versiones de programa de firmware – multiWin no coinciden)	<ul style="list-style-type: none"> – Actualización necesaria
20	Timeout: InitEnd	
	Causa	Solución
	Exceso del tiempo en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> – Inicializar
21	Timeout: StatusBusy	
	Causa	Solución
	Exceso del tiempo en funcionamiento (el equipo no está listo para realizar mediciones)	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar
22	Timeout: End	
	Causa	Solución
	Exceso del tiempo al finalizar multiWin	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar

23	Timeout: StopEnd									
	Causa	Solución								
	Exceso del tiempo al cancelar una medición	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								
24	Timeout: Measurment									
	Causa	Solución								
	Exceso del tiempo durante la medición El tiempo de integración máximo se ha excedido	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar analizador – Comprobar el ajuste del método 								
25	Timeout: Analyzer run command									
	Causa	Solución								
	Exceso del tiempo al tramitar el comando	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								
30	HCI addition required									
	Causa	Solución								
	Es necesaria la adición de cloruro	<ul style="list-style-type: none"> – Abrir punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST 								
50	Firmware-Reset									
	Causa	Solución								
	Se ha reiniciado el controlador interno (firmware)	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								
52	Firmware-Standby									
	Causa	Solución								
	El firmware se puesto en modo reposo	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								
61	Incomplete command from PC									
62			Command from PC without STX							
64					Command from PC: CRC error					
65							Command from PC is invalid command			
66									Command from PC: Invalid MEASURING command	
67										
	Causa	Solución								
	Error de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								
100	C sensor: no connection									
	Causa	Solución								
	Fallo de comunicación después de reconocer el sensor en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								
101	C detector: CRC error									
	Causa	Solución								
	Fallo de comunicación después de reconocer el sensor en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar 								

104 107	C detector: analog values exceed range	
	C detector: analog values exceed range (coarse)	
	Causa	Solución
	Los valores analógicos del detector se encuentran fuera del rango de trabajo	<ul style="list-style-type: none"> - Comprobar la calidad del gas portador - Inicializar - Controlar los valores analógicos en la comprobación de componentes (a través del punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST y la pestaña C-NDIR)
106	C detector: wrong command response	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> - Apagar y volver a encender el módulo de QC - Inicializar
110 120 130	N sensor: no connection	
	S sensor: no connection	
	CI sensor: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación después de reconocer el sensor en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> - Confirmar mensaje - Inicializar
120	S detector: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación después de reconocer el detector en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> - Confirmar mensaje - Inicializar
124	S detector: wrong status	
	Causa	Solución
	Conmutación del factor de aplanamiento/encendido LSCM fallido	<ul style="list-style-type: none"> - Repetir acción
128	S detector: not active	
	Causa	Solución
	Transmisión del tipo de detector fallida	<ul style="list-style-type: none"> - Repetir acción
130	CI detector: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación después de reconocer el detector en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> - Confirmar mensaje - Inicializar

131	Cl detector: wrong command structure	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación con el módulo de cloro	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Encender/apagar el módulo de cloro – Inicializar
133	Cl detector: wrong cell type	
	Causa	Solución
	Sin inicialización después del cambio de celda	<ul style="list-style-type: none"> – Inicializar
134	Cl detector: wrong status	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar – Controlar el estado de la celda de titulación a través del punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST y la pestaña CHLORINE
135	Cl detector: wrong version	
	Causa	Solución
	Fallo de transmisión	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar – Controlar el estado de la celda de titulación a través del punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST/CHLORINE
137	Cl detector: check cell	
	Causa	Solución
	Rutina de punto final 3x incorrecta	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar relleno de electrolito – Comprobar electrodos
138	Cl detector: not active	
	Causa	Solución
	Transmisión del tipo de detector fallida	<ul style="list-style-type: none"> – Repetir acción
139 140	Cl detector: STA-Error	
	Causa	Solución
	Error al actualizar el detector de Cl	<ul style="list-style-type: none"> – Repetir actualización
207	Flow error	
	Causa	Solución
	Estado de flujo incorrecto.	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar hermeticidad – Comprobar alimentación de gas
208	No gas pressure O₂	
	Causa	Solución
	Flujo de gas de O ₂ insuficiente	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar conexión de O₂ – Comprobar presión

209	No gas pressure Argon	
	Causa	Solución
	Flujo de argón insuficiente	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la conexión de argón – Comprobar presión
220	Sampler: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación después de reconocer el cargador de muestras en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar
226	Sampler: runtime exceeded	
	Causa	Solución
	El mensaje de finalización del cargador de muestras dura demasiado (cargador de muestras defectuoso)	<ul style="list-style-type: none"> – Registrar archivos de protocolo – Informar al servicio técnico
290	Balance: no connection	
	Causa	Solución
	Ninguna comunicación con la báscula	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar conexión – Comprobar ajustes de la báscula
291	Balance: falsche Gewichtseinheit	
	Causa	Solución
	De momento sólo se permite la unidad [g]	<ul style="list-style-type: none"> – Ajustar la unidad de gramos [g] en el menú de la báscula
300	Temperature controller: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> – Confirmar mensaje – Inicializar
0301	Break thermocouple	
	Causa	Solución
	Elemento térmico HT 1500 defectuoso	<ul style="list-style-type: none"> – Contactar con el servicio técnico
303 304	Temperature controller: Error EPROM	
	Temperature controller: communication error	
	Causa	Solución
	Error de comunicación en el equipo base	<ul style="list-style-type: none"> – Apagar/encender equipo base – Inicializar
306	External furnace not available	
	Causa	Solución
	Equipo base no reconocido como hardware	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la conexión equipo base-módulo de control

9.3 Indicaciones en la ventana de ESTADO DEL EQUIPO

En la ventana STATUS ANALYZER se indica información sobre el estado del equipo así como sobre los módulos individuales.

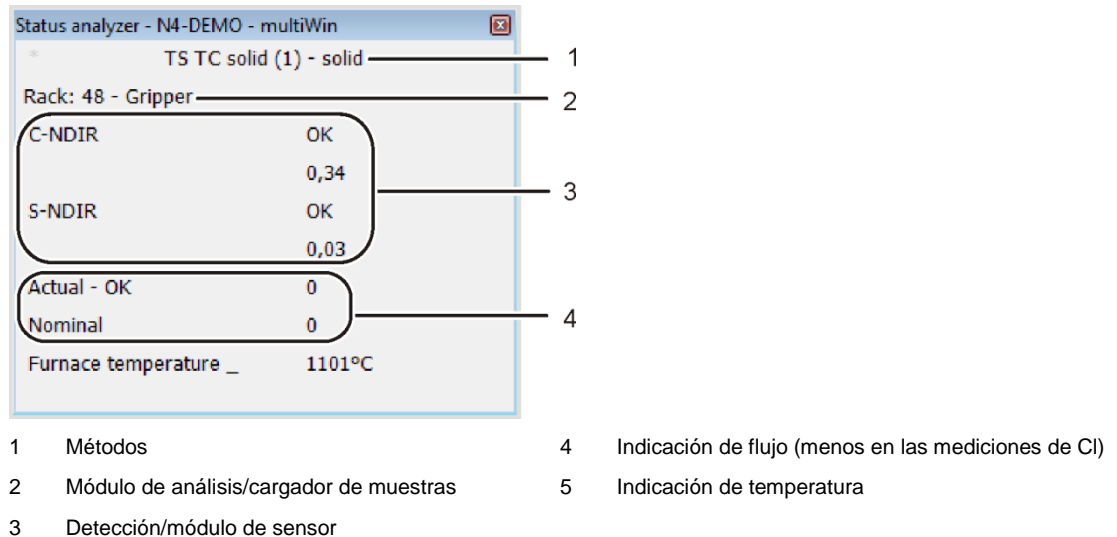


Fig. 33 Ventana STATUS ANALYZER

Las indicaciones de la ventana STATUS ANALYZER se marcan en color. Los colores tienen el significado siguiente:

Color	Descripción
Negro	El estado de los componentes correspondientes es correcto. El equipo está listo para la medición
Gris	El detector está inactivo
Verde	El detector está correcto. El equipo está listo para la medición (OK) o el detector está ocupado. Sólo se puede iniciar la medición cuando termine la rutina (específica del detector)
Rojo	El componente no está listo para la medición El periodo de calentamiento no ha finalizado todavía ⇒ esperar hasta que termine Error ⇒ búsqueda de errores, leer información sobre los componentes correspondientes en multiWin a través del punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST

En la línea superior de la ventana STATUS ANALYZER se indica el nombre del método activo y el estado de la muestra (fijo).

En la inicialización se reconoce si el cargador de muestras FPG 48 está conectado y encendido. Si así fuera, se muestra "Rack 48". Además se reconoce un módulo de sólidos automático de TIC y se indica con "TIC (automatic)".

En el área del detector/módulo de sensor se muestran todos los módulos de detector que se reconocen en la inicialización. Se puede indicar lo siguiente:

Indicación	Descripción
C-NDIR	Detector de NDIR para carbono
S-NDIR	Detector de NDIR para azufre
CI-AMP smallCell	Módulo de cloro con celda "sensitive"
CI-AMP largeCell	Módulo de cloro con celda "high concentration"

El estado correspondiente de los módulos de detección está marcado en color (véase arriba). Se puede indicar lo siguiente respecto al estado:

Capacidad de medición del equipo	
Indicación	Descripción
OK (verde, negro)	El detector está listo para la medición
El equipo no está listo para la medición – general	
Indicación	Descripción
No se muestra ningún detector (indicación vacía)	No se reconoce ningún detector: <ul style="list-style-type: none"> – Encender detector – Inicializar
Error de comunicación (rojo)	Fallo de comunicación: <ul style="list-style-type: none"> – Encender/apagar el equipo – Inicializar
Sin conexión (rojo)	Fallo de conexión: <ul style="list-style-type: none"> – Controlar el cable de conexión – Encender/apagar el equipo – Inicializar
El equipo no está listo para la medición – C-NDIR/S-NDIR	
Indicación (rojo)	Descripción
Advertencia sobre valores analógicos	Valores analógicos fuera del rango: <ul style="list-style-type: none"> – Leer valores a través del punto del menú SYSTEM/COMPONENT TEST en la pestaña C-NDIR, S-NDIR – Véase también la descripción de los errores del módulo de C/S, pág. 127
Periodo de calentamiento	El detector no está listo todavía para el funcionamiento: Esperar el periodo de calentamiento después del encendido (aprox. 30 min)
El equipo no está listo para la medición – CI-AMP	
Indicación (rojo)	Descripción
Inactivo	No se reconoce ninguna celda: Colocar celda
El equipo no está listo para la medición – CI-AMP	
Indicación (verde)	Descripción
Titulación de pausa	Titulación de pausa en marcha: <ul style="list-style-type: none"> – Es posible iniciar la medición
Rutina de punto final	La rutina de punto final finaliza: <ul style="list-style-type: none"> – Esperar hasta que termine

En el área de la indicación de flujo se muestra el flujo de aspiración actual (REAL) y el flujo teórico (NOMINAL) a alcanzar. El flujo teórico es de 100 l/h. El flujo de aspiración no puede desviarse ± 10 l/h del flujo teórico. El flujo de aspiración se regular en el rotámetro "pump" de parte frontal del equipo base.

La indicación de temperatura muestra la temperatura actual del horno. Si la indicación de temperatura está roja, quiere decir que la temperatura actual del horno no corresponde a la temperatura ajustada en el método. Esperar hasta que se alcance la temperatura teórica o comprobar el ajuste de temperatura en el método.

9.4 Errores del equipo

Pueden aparecer otros problemas no abarcados en la supervisión del sistema. El inicio de la medición es posible. Tales errores se reconocen principalmente por resultados de medición extraños (problemas analíticos) o porque se reconocen claramente desde el punto de vista técnico.

Si los siguientes consejos de solución de problemas son insuficientes, es necesario ponerse en contacto con el servicio técnico.

9.4.1 Equipo base

Error	
El horno no calienta	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Error en el sistema electrónico – Calentador de inmersión roto 	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la conexión eléctrica – Comprobar el fusible interno – Informar al servicio técnico
Los ventiladores de la parte posterior del equipo no funcionan	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Fusible defectuoso – Sistema electrónico defectuoso 	<ul style="list-style-type: none"> – Apagar el analizador en el interruptor principal – Informar al servicio técnico
No hay flujo de aspiración en el flujómetro "Pump"	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – La bomba no está encendida 	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la diferencia de temperatura – Esperar a que la diferencia de temperatura teórica y real se aproxime a 50 °C. Si la bomba no se enciende con una diferencia de temperatura del valor teórico al real inferior a 50 °C, informar al servicio técnico.
<ul style="list-style-type: none"> – Las mangueras se estrangulan 	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar que en el sistema de mangueras no haya mangueras plegadas ni aplastadas

9.4.2 Módulo de C/S

multiwin: error de flujo	
Flujo de gas REAL < 90 l/h o >110 l/h	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Ningún flujo de aspiración o demasiado bajo 	<ul style="list-style-type: none"> – Con la bomba de aspiración encendida, corregir el flujo de aspiración en el flujómetro "pump" del módulo base. – Comprobar que en el sistema de mangueras no haya mangueras plegadas ni aplastadas
<ul style="list-style-type: none"> – Secante demasiado húmedo y apelmazado 	<ul style="list-style-type: none"> – Cambiar secante
multiwin: error de flujo	
flujo de medición REAL = 0	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Ningún flujo de aspiración – La bomba no está encendida 	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la diferencia de temperatura – Esperar a que la diferencia de temperatura teórica y real se aproxime a 50 K. Si la bomba no se enciende con una diferencia de temperatura del valor teórico al real inferior a 50 K, informar al servicio técnico
Los valores analógicos de la óptica de NDIR oscilan	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Fugas – Ajustes o defecto del detector de NDIR – Estabilización del detector durante el periodo de calentamiento del analizador no finalizada todavía 	<ul style="list-style-type: none"> – Esperar un periodo de calentamiento de 15 min. – Si los valores analógicos no son constantes después de 1 h (mientras haya oxígeno) puede que haya una fuga. Informar al servicio técnico – Cambiar la trampa de halogenuro si se ha producido descoloración para proteger al detector
multiwin: error óptico, valores analógicos fuera del rango	
Los valores del detector de NDIR se muestran en amarillo en la ventana de estado	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Los valores ADU del detector de NDIR se desvían del valor teórico y se encuentran fuera del rango de tolerancia <p>Nota: se puede continuar realizando mediciones</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar la alimentación de oxígeno de la alimentación de gas – Comprobar la alimentación de oxígeno en el flujómetro, abrir la válvula – Comprobar el flujo de oxígeno a través del detector (colocación de las mangueras) – Informar al servicio técnico
multiwin: sin conexión a la óptica (NDIR)	
multiwin: error de estado de la óptica	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Error de comunicación – Detector NDIR defectuoso 	<ul style="list-style-type: none"> – Reiniciar el equipo – Informar al servicio técnico

El indicador de control no se ilumina	
Causa	Solución
– El programa interno no se ha iniciado	– Reiniciar el ordenador interno con el interruptor de red del módulo



IMPORTANTE

Los valores ADU del detector de NDIR disminuyen lentamente como consecuencia de señales de uso normales. Si los valores disminuyen en el transcurso de pocos análisis, esto señala un daño del detector por algún componente del gas de análisis.

9.4.3 Módulo de CI



IMPORTANTE

Para evitar errores observar siempre lo siguiente:

- Conectar la celda de medición con la varilla del agitador (rellena con electrolito) y el electrodo antes de encender el analizador.
- Iniciar el software multiwin aprox. 3 min después de encender el analizador.

multiwin: sin conexión con el sensor de CI	
Causa	Solución
– Sin comunicación entre el ordenador interno y el culombímetro	– Observar la secuencia de encendido:
– Módulo de CI apagado	7. Encender el equipo base
	8. Encender el módulo de CI
	9. Esperar aprox. 3 min hasta que el culombímetro se comunique con el ordenador interno
	10. Iniciar software multiWin
– Cable de conexión no conectado o defectuoso	– Comprobar la conexión del cable
multiwin: formato del comando erróneo del sensor de CI	
Causa	Solución
– Error en la transmisión de datos Culombímetro – ordenador interno	– Volver a inicializar el analizador
	– Informar al servicio técnico
multiwin: error de indicación	
Causa	Solución
– Clavija de electrodo no conectada	– Conectar electrodo y volver a inicializar el equipo
– Electrodo defectuoso	– Cambiar el electrodo defectuoso
	– Informar al servicio técnico

9.5 Errores en la comunicación del equipo

El software no reacciona	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Fallo del ordenador 	<ul style="list-style-type: none"> – Apagar completamente el analizador, incluido el equipo base, la impresora, el cargador de muestras y el ordenador externo. Volver a arrancar el sistema después de unos segundos
multiwin: error de comunicación – equipo de análisis	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Módulo con ordenador interno apagado – multiWin iniciado demasiado pronto – Módulo con ordenador interno no conectado al ordenador externo – Conexión incorrecta de la interfaz COM en el ordenador externo o selección incorrecta en multiWin 	<ul style="list-style-type: none"> – Encender el módulo – Comprobar la conexión ordenador interno-ordenador externo – Iniciar multiWin cuando el indicador LED "LOCK IN" se haya iluminado – Comprobar la interfaz conectada en el ordenador externo y la interfaz definida en multiWin (Comando del menú Configuration/Interface/Selection interface)
Durante el funcionamiento del equipo con errores multiwin: reinicio del ordenador en el equipo de análisis	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Reiniciar ordenador interno 	<ul style="list-style-type: none"> – Si el LED frontal se ilumina, inicializar el equipo de análisis – En caso de que se produzca más veces, observar en qué momento aparece el error (línea de estado) e informar al servicio técnico
multiwin: error de comunicación – conjunto de comandos incorrecto entre el ordenador y el equipo	
<ul style="list-style-type: none"> – Las versiones interna y externa del programa no coinciden 	<ul style="list-style-type: none"> – Repetir actualización
multiwin: sin conexión con el controlador de temperatura	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Equipo base apagado – El cable de interfaz entre el módulo con ordenador interno y el equipo base no está conectado o está defectuoso – Controlador de temperatura defectuoso 	<ul style="list-style-type: none"> – Encender el equipo base y volver a inicializar multiWin después de 1 min – Comprobar la conexión del cable de interfaz

Sin conexión con el cargador de muestras	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Sin comunicación entre el equipo base y el cargador de muestras – Cargador de muestras apagado – Cable de conexión no conectado o defectuoso 	<ul style="list-style-type: none"> – Controlar el cable de conexión – Encender el cargador de muestras e inicializar el analizador

9.6 Problemas analíticos

9.6.1 Determinación de C/S

En general recuperación demasiado baja	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Secante demasiado húmedo – Filtro y manguera de gas de medición con hollín 	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar y cambiar el secante – Comprobar y cambiar el filtro – Comprobar la trampa de polvo si estuviera muy sucia (depósitos de partículas), limpiar la trampa de polvo y cambiar la manguera de gas de medición hasta el filtro
Resultados de calidad inferior en el TS	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Trampa de halogenuro todavía en el flujo de gas de medición 	<ul style="list-style-type: none"> – Cambiar la trampa de halogenuro por un tubo de vidrio vacío
<ul style="list-style-type: none"> – Temperatura de digestión demasiado baja (especialmente con la forma de unión sulfática) 	<ul style="list-style-type: none"> – Aumentar la temperatura del horno en el método si la curva de medición de S tiene un aspecto muy irregular o presenta un residuo demasiado largo y no disminuye a la línea base. – Añadir áridos eventualmente (p.ej. fosfato de hierro, óxido de wolframio, pentóxido de vanadio, estaño, etc.).
<ul style="list-style-type: none"> – Contaminación de las mangueras transportadoras de gas de medición hasta la óptica 	<ul style="list-style-type: none"> – Desmontar las mangueras hasta la óptica de NDIR, limpiarlas, secarlas y volver a montarlas. <p>Nota: Recomendamos realizar la limpieza de las mangueras a través del servicio técnico.</p>
Resultados excesivos en TC	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – El tubo de atomización tiene una fisura o está roto. 	<ul style="list-style-type: none"> – A través de las fisuras puede entrar aire ambiente en el sistema y puede provocar resultados excesivos claros en el TC. ⇒Sustituir el tubo de atomización.
Desviación de la línea base	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> – Detector inestable 	<ul style="list-style-type: none"> – Durante el periodo de calentamiento del

	<p>equipo, el detector debe estabilizarse. Al comienzo de la medición puede ocurrir que la línea base esté todavía un poco desviada (dependencia de la temperatura). La superficie pico modificada por la desviación se corrige automáticamente para que los resultados de la medición sean siempre independientes de la desviación.</p> <ul style="list-style-type: none"> – Si la desviación no disminuye, comunicarlo al servicio técnico.
--	--

9.6.2 Determinación de Cl



IMPORTANTE

Para evitar errores observar siempre lo siguiente:

- Conectar la celda de medición con la varilla del agitador (rellena con electrolito) y el electrodo antes de encender el equipo base y el módulo de Cl.
- Iniciar el programa multiwin aprox. 3 min después de encender el analizador.

Recuperaciones demasiado bajas (factor de división > 1,4)	
Causa	Solución
– Ácido sulfúrico demasiado diluido	– Comprobar y cambiar el ácido sulfúrico
– Componentes o mangueras de gas de medición con hollín	<ul style="list-style-type: none"> – Comprobar si el tubo de atomización presenta suciedad. Limpiar el tubo de atomización calcinando los depósitos con mechero Bunsen o en el horno de mufla a 1.000 °C. Cambiar tubos con mucha suciedad. Cambiar la lana de vidrio de sílice en el tubo de atomización. – Comprobar si el recipiente de ácido sulfúrico presenta hollín. Si las partículas han penetrado hasta el recipiente de ácido sulfúrico, limpiar el recipiente y la boquilla en la salida del tubo del horno y rellenar el recipiente.
Recuperaciones demasiado altas (factor de división > 0,6)	
Causa	Solución
– Depósitos de muestras en el tubo de atomización (p.ej. sales)	– Cambiar o limpiar el tubo de atomización, p.ej., dejando a remojo el tubo de atomización durante una noche en HNO ₃ del 10%, aclarar después exhaustivamente con agua destilada y secar.
Umbral de desconexión por debajo de 1.500	
Causa	Solución
– Electrodo combinado defectuoso o muy gastado	– Utilizar un electrodo nuevo para la determinación de cloruro

9.6.3 Determinación de TIC (módulo de sólidos automático de TIC)

Resultados muy bajos	
Causa	Solución
– Selección de peso neto demasiado alta	– El peso neto no debería superar los 50 mg porque, de lo contrario, la cantidad de ácido dosificado (400 µl) es insuficiente para descomponer el carbonato completamente, o porque la cantidad de ácido no puede humedecer la muestra completamente.
– La muestra no se reparte de forma homogénea a través de la longitud total de la navecilla	– La muestra debe repartirse de forma homogénea para que pueda ser humedecida totalmente por el ácido
– Fuerza del ácido demasiado débil (desarrollo largo de la curva de medición, la curva de medición no retorna a la línea base)	– Si la muestra contiene carbonatos extremadamente estables (p.ej. FeCO_3) en gran cantidad, la velocidad de descomposición con H_3PO_4 del 40% es demasiado lenta. Evitar los ácidos más fuertes (p.ej. HCl del 25%). Atención No utilizar HCl de forma duradera.
Valores de medición dispersos	
Causa	Solución
– La muestra no se reparte de forma homogénea a través de la longitud total de la navecilla	– La muestra debe repartirse de forma homogénea para que pueda ser humedecida totalmente por el ácido
– La matriz de la muestra es hidrófoba	– Si la muestra no se puede humedecer bien con ácido, ayuda cubrirla con arena de sílice recocida para mejorar el efecto del ácido. – En ocasiones la humidificación del ácido clorhídrico es mejor que la del ácido fosfórico. Atención No utilizar HCl de forma duradera.

9.6.4 Determinación de TIC (módulo de sólidos manual de TIC)

Resultados muy bajos	
Causa	Solución
– Fuerza del ácido demasiado débil (desarrollo largo de la curva de medición, la curva de medición no retorna a la línea base con un tiempo de integración de máx. 600 s)	– Si la muestra contiene carbonatos extremadamente estables (p.ej. FeCO_3) en gran cantidad, la velocidad de descomposición con H_3PO_4 del 40% es demasiado lenta. Evitar los ácidos más fuertes (p.ej. HCl del 25%). Atención No utilizar HCl de forma duradera.

9.6.5 Mediciones en el modo de pirólisis (EC)

Resultados de calidad inferior del carbono elemental (después de la pirólisis)	
Causa	Solución
– Selección de un tiempo de espera demasiado corto para el desplazamiento del oxígeno con argón en el tubo de atomización	– El tiempo de espera después de cambiar de la alimentación de oxígeno a la de argón debería ser como mínimo de 60 s
Resultados excesivos del carbono elemental (después de la pirólisis)	
Causa	Solución
– Tiempo de pirólisis seleccionado demasiado corto	– El tiempo de pirólisis debería ser como mínimo de 3 min para asegurarse de que todos los compuestos orgánicos se descomponen y expulsan completamente
– Selección de temperatura de pirólisis demasiado alta	– Debido a la coquización, a partir de los compuestos orgánicos (plásticos) a temperaturas de más de 1.000 °C se forma hollín progresivamente, que se registra en el nivel 2 como carbono elemental. La temperatura óptima del horno para las mediciones de pirólisis es de 850 °C.

10 Transporte y almacenamiento

10.1 Transporte

10.1.1 Preparación del analizador para el transporte

**PRECAUCIÓN: PELIGRO DE QUEMADURAS EN EL HORNO CALIENTE**

Existe peligro de quemaduras en el horno de atomización caliente. Desmontar el tubo de atomización sólo cuando el equipo esté frío o cuando se haya dejado enfriar lo suficiente.

**PRECAUCIÓN: PELIGRO DE LESIÓN POR ROTURA DE VIDRIO**

Existe peligro de lesionarse por roturas de vidrio al desmontar las piezas de vidrio. Desmontar todas las piezas de vidrio del analizador con mucho cuidado.

**ATENCIÓN: UTILIZAR EL EMBALAJE ADECUADO PARA EL TRANSPORTE**

Un material de embalaje no adecuado, así como restos de soluciones de medición y sustancias químicas pueden producir daños en los componentes individuales del analizador. Transportar el analizador únicamente en el embalaje original. Cerciorarse de que todos los seguros de transporte estén montados y que el analizador esté completamente vacío.

Preparar el multi EA 4000 con sus módulos para el transporte del modo siguiente:

Equipo base multi EA 4000

1. Apagar el analizador mediante el interruptor principal y dejar que el equipo se enfríe.
2. Interrumpir la alimentación de gas y desconectar el enchufe de red de la toma de corriente.
3. Aflojar todas las conexiones de la parte posterior del analizador.
4. Abrir las puertas del analizador. Vaciar el tubo de secado. Volver a colocar el tubo de secado.
5. Desenroscar las conexiones de la trampa de halogenuro y sacar la trampa de las pinzas.
6. Sacar el tubo de atomización del horno.
7. Embalar los accesorios con cuidado, especialmente las piezas de vidrio, para que no se puedan romper.

Módulo de C/S

1. Apagar el módulo de C/S con el interruptor principal.
2. Desenchufar el enchufe de red de la toma.
3. Aflojar todas las conexiones de la parte posterior del módulo.

Módulo de CI

1. Apagar el módulo de CI con el interruptor principal.

2. Sacar la celda de medición del equipo y vaciarla (véase apartado "Mantenimiento de las celdas de medición" pág. 101).
3. Aclarar y secar la celda de medición y el electrodo combinado.
4. Desenroscar el tubo de adsorción y vaciarlo.
5. Desmontar la trampa de halogenuro.
6. Retirar todas las conexiones de la parte posterior del módulo.
7. Sacar el recipiente de ácido sulfúrico y el recipiente de seguridad del equipo base multi EA 4000. Vaciar el recipiente de ácido sulfúrico (véase apartado "Cambio del ácido sulfúrico y limpieza del recipiente de ácido sulfúrico" pág. 96).
8. Sacar la manguera de gas de medición (transparente) y la manguera de bypass (negra) del canal en el multi EA 4000.

Módulo de sólidos automático de TIC

1. Apagar el módulo de sólidos de TIC con el interruptor principal en la parte frontal.
2. Retirar todas las conexiones de la parte posterior del módulo.
3. Interrumpir la alimentación de gas y desconectar el enchufe de red de la toma de corriente.

10.1.2 Indicaciones para el transporte

Tener en cuenta las instrucciones de seguridad del apartado "Indicaciones de seguridad para el transporte y emplazamiento" pág. 14. Transportar el analizador con especial cuidado para evitar daños por choques, agitaciones o vibraciones. El transporte del analizador debe llevarse a cabo de tal manera que se eviten las grandes oscilaciones de temperatura y, con ello, la formación de agua de condensación.

10.1.3 Recolocación del analizador en el laboratorio



PRECAUCIÓN

Si el analizador cae por accidente, existe peligro de lesiones y el analizador puede resultar dañado.

Actuar con mucho cuidado al colocar el analizador. Para levantar y trasladar el analizador son necesarias 2 personas.

Tener en cuenta lo siguiente al recolocar el analizador en el laboratorio:

- Existe peligro de lesión por piezas no aseguradas apropiadamente. Antes de colocar el analizador, retirar todas las piezas sueltas, especialmente la botella de reactivo con ácido fosfórico y el recipiente de ácido fosfórico.
- Desconectar todas las conexiones de alimentación y los equipos complementarios del analizador.
- Para evitar daños a la salud, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y transportar) el analizador en el laboratorio:
 - Por motivos de seguridad, son necesarias 2 personas para transportar el analizador. Éstas se deben colocar a ambos lados del equipo.

- Puesto que el analizador no dispone de asas, agarrar el equipo firmemente con las dos manos por abajo y tener en cuenta antes de levantarlo simultáneamente que las piezas más sensibles de la parte delantera estén protegidas por las puertas cerradas.
- Observar los valores de referencia y atenerse a los valores límite prescritos por ley para el levantamiento y transporte de cargas sin equipos auxiliares.
- Observar las indicaciones del apartado "Requisitos generales" pág. 52 para la colocación en una nueva ubicación.

10.2 Almacenamiento



PRECAUCIÓN

Las influencias medioambientales y la formación de agua de condensación pueden llevar al deterioro de componentes individuales del analizador.

Sólo es posible un almacenamiento del analizador en lugares aclimatados. El ambiente prácticamente no debe contener polvo y debe estar libre de vapores corrosivos.

Si el analizador y los equipos auxiliares no son emplazados y montados inmediatamente después del suministro o no son requeridos durante un periodo de tiempo prolongado, se tienen que almacenar dejándolos dentro del embalaje original. Es necesario incluir un agente secante apropiado en el embalaje y/o en el equipo para evitar daños por humedad.

Las condiciones climáticas de la sala de almacenamiento del analizador deben cumplir lo siguiente:

- Rango de temperaturas: de +5 a +55 °C.
- Humedad del aire (máx.): del 10 % al 30 %
- Presión atmosférica: de 0,7 a 1,06 bar

10.3 Nueva puesta en marcha después de un transporte o almacenamiento

10.3.1 Colocación del multi EA 4000 C/S

Conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo de C/S deben realizarse las siguientes conexiones:

Conexiones del multi EA 4000		Objetivo
"valve"	⇒	"valve" en el módulo de C/S
"analyte"	⇒	"analyte" en el módulo de C/S
"O ₂ "	⇒	Conexión de gas para oxígeno
Cable de alimentación de red	⇒	alimentación de red
"COM"	⇒	"COM" en el módulo de C/S
"pump"	⇒	"pump" en el módulo de C/S
"Ar"	⇒	Conexión de gas para argón (sólo se necesita en la medición de Cl y la determinación de carbono mediante pirólisis)
"out"	⇒	salida abierta
Otras conexiones del módulo de C/S		Objetivo
"PC"	⇒	conexión USB para la conexión al ordenador
"scale"	⇒	báscula externa (opcional)
"sampler"	⇒	conexión del cargador de muestras FPG 48
conector para enchufe de alimentación de red	⇒	alimentación de red

Para la determinación de carbono opcional mediante pirólisis, fijar un tubo de aspiración al lado de la entrada del horno.

Sistema de mangueras

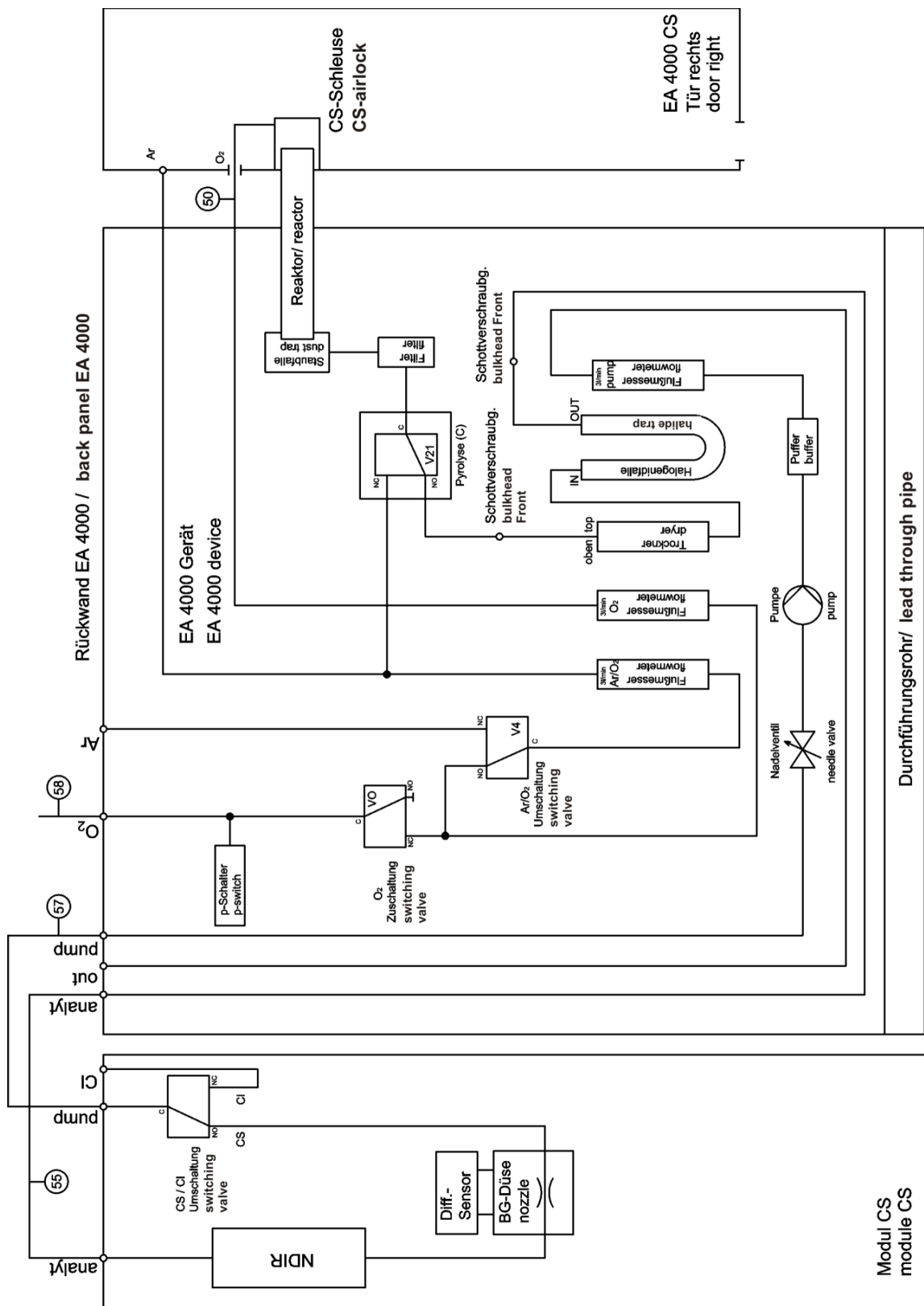


Fig. 34 Sistema de mangueras para multi EA 4000 C/S

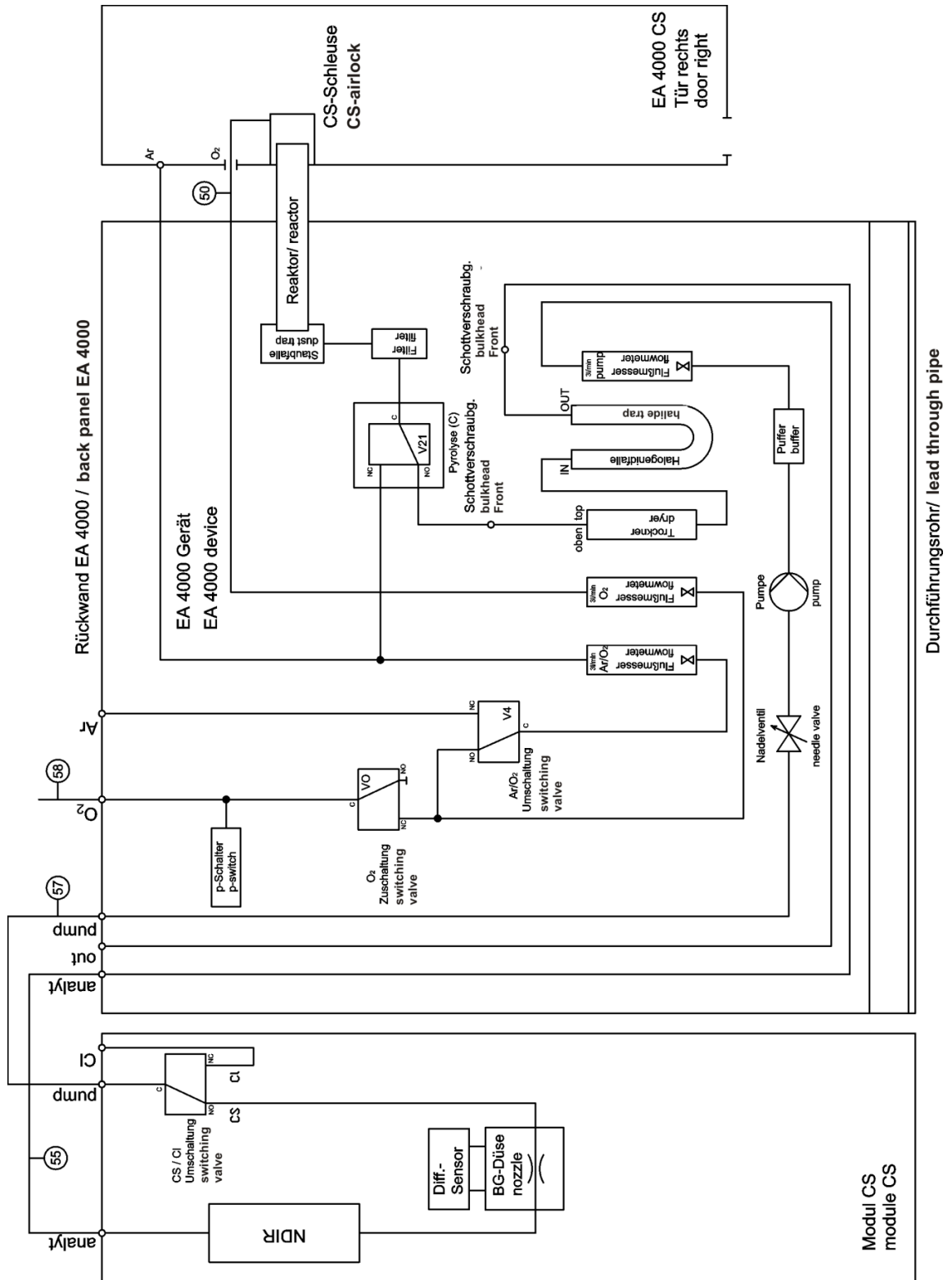


Fig. 35 Sistema de mangueras multi EA C/S para la medición en el modo de pirólisis

10.3.2 Colocación del multi EA 4000 CI

Conexiones

Conexiones del multi EA 4000		Objetivo
"valve"	⇒	"valve" en el módulo de CI
"analyte"	⇒	salida abierta
"O ₂ "	⇒	Conexión de gas para oxígeno
"Ar"	⇒	Conexión de gas para argón
Cable de alimentación de red	⇒	alimentación de red
"COM"	⇒	"COM" en el módulo de CI
"pump"	⇒	"pump" en el módulo de CI
"out"	⇒	salida abierta
Otras conexiones en el módulo de CI		Objetivo
conector para enchufe de alimentación de red	⇒	alimentación de red
"sampler"	⇒	conexión del cargador de muestras FPG 48
"PC"	⇒	conexión USB para la conexión al ordenador
"scale"	⇒	báscula externa (opcional)

Sistema de mangueras

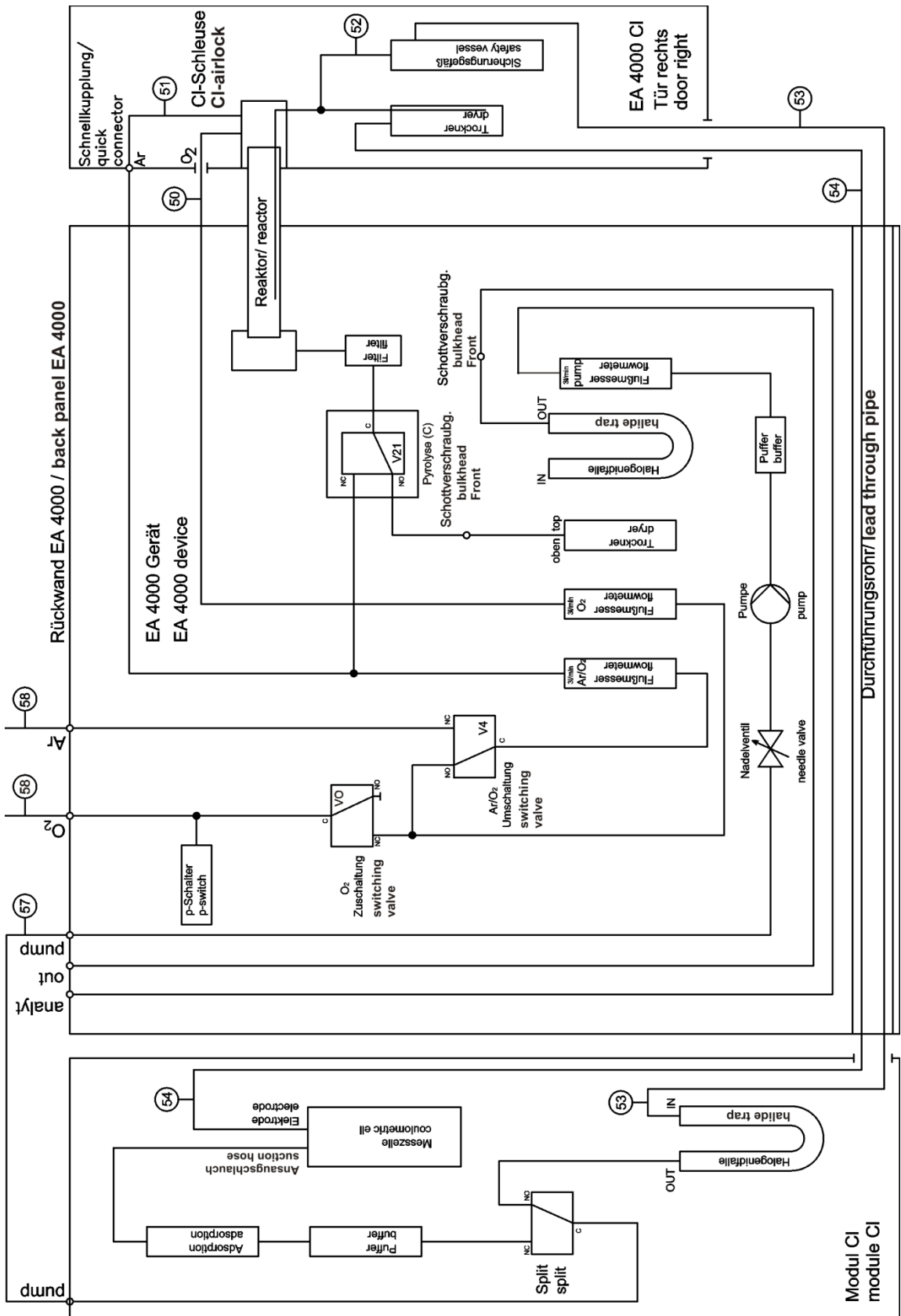


Fig. 36 Sistema de mangueras del multi EA CI

10.3.3 Colocación del multi EA 4000 C/S CI

Conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo de C/S – módulo de CI deben realizarse las siguientes conexiones:

Conexiones del multi EA 4000	Objetivo
"valve"	⇒ "valve" en el módulo de C/S
"analyte"	⇒ "analyte" en el módulo de C/S
"O ₂ "	⇒ Conexión de gas para oxígeno
Cable de alimentación de red	⇒ alimentación de red
"COM"	⇒ "COM" en el módulo de C/S
"pump"	⇒ "pump" en el módulo de C/S
"Ar"	⇒ Conexión de gas para argón (sólo se necesita en la medición de CI y en la pirólisis)
"out"	⇒ salida abierta
Otras conexiones del módulo de C/S	Objetivo
"PC"	⇒ conexión USB para la conexión al ordenador
"CI-Coul"	⇒ "CI-Coul" en el módulo de CI
"scale"	⇒ báscula externa (opcional)
"sampler"	⇒ conexión del cargador de muestras FPG 48
conector para enchufe de alimentación de red	⇒ alimentación de red
Otras conexiones en el módulo de CI	Objetivo
"CI"	⇒ "CI" en el módulo de C/S
conector para enchufe de alimentación de red	⇒ alimentación de red

Sistemas de mangueras

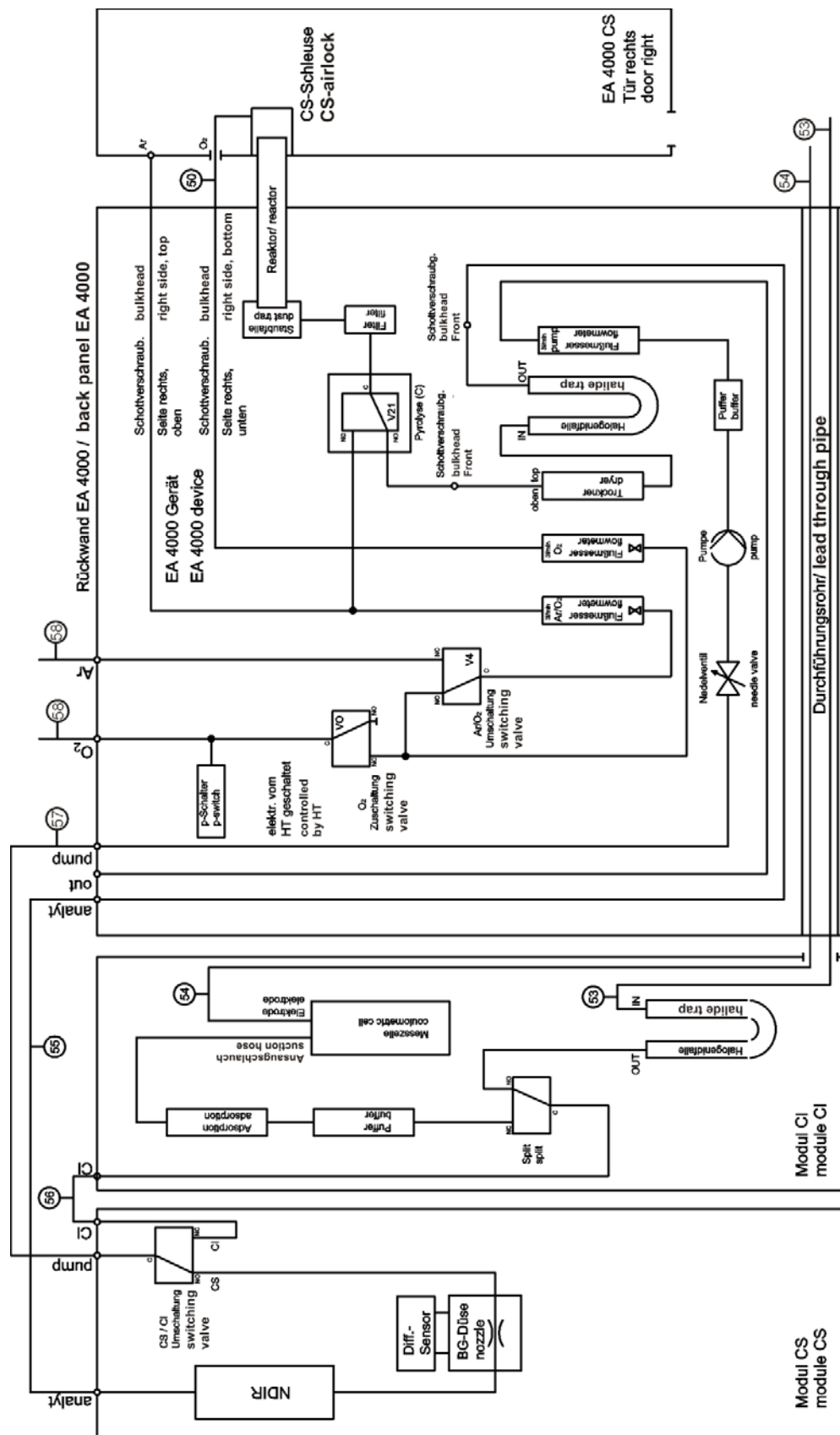


Fig. 37 Sistema de mangueras multi EA C/S CI para mediciones de C/S con tubo de cerámica y trampa de oxígeno

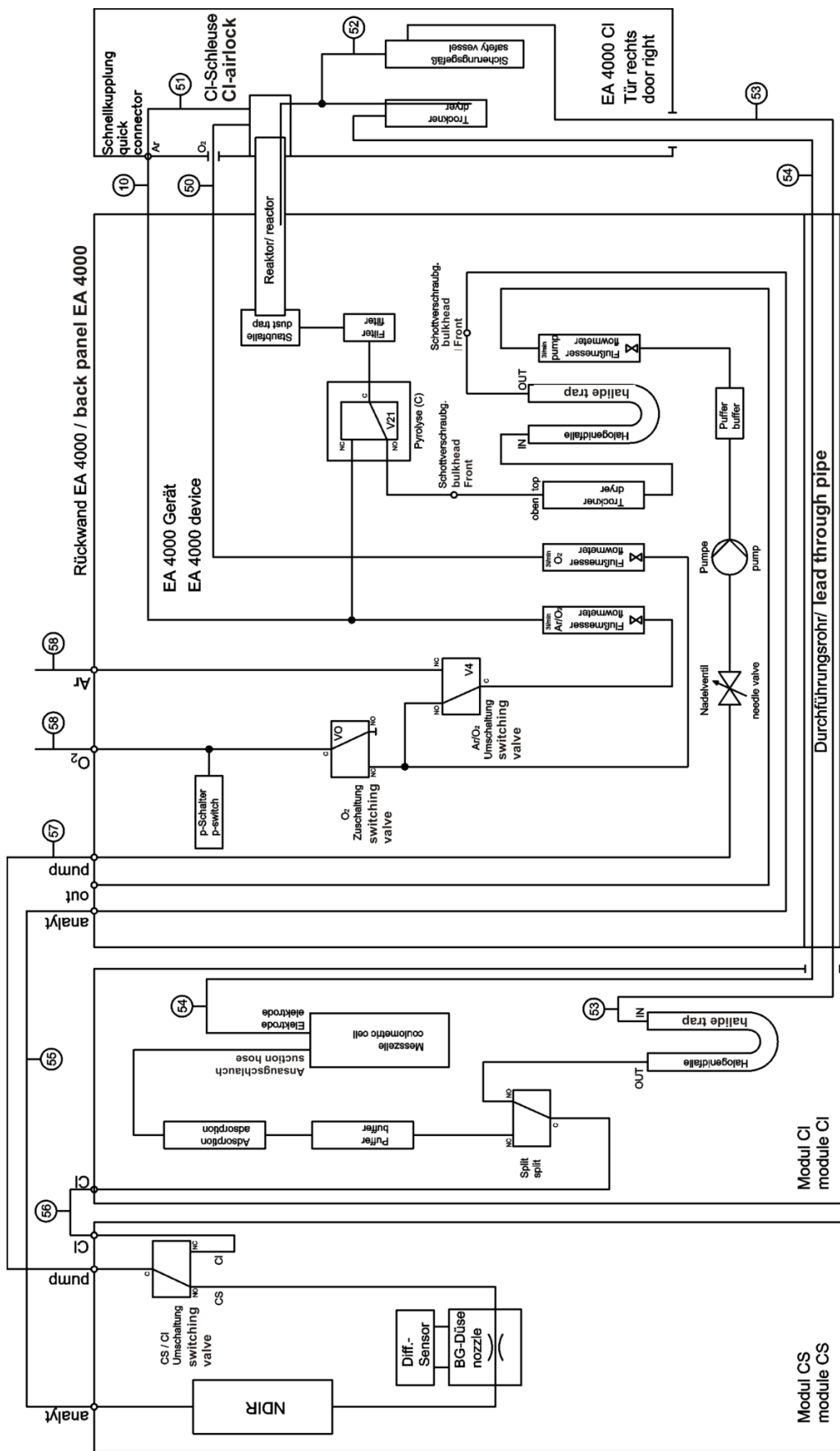


Fig. 38 Sistema de mangueras multi EA C/S CI para mediciones de CI con tubo de vidrio de sílice y trampa de argón

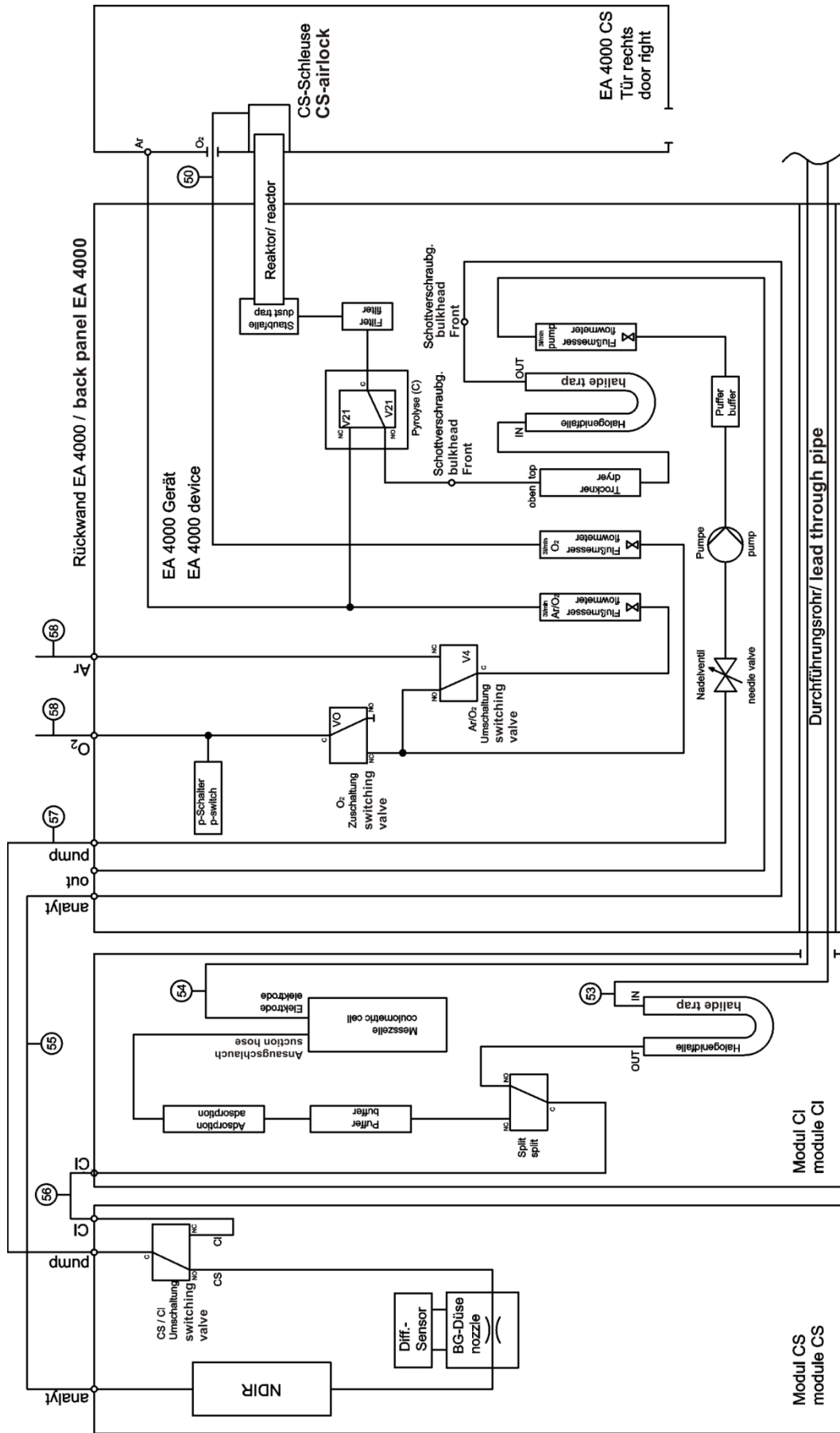


Fig. 39 Sistema de mangueras multi EA C/CS CI para mediciones en el modo de pirólisis

10.3.4 Colocación del módulo de sólidos automático de TIC

Conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo de C/S – módulo de CI deben realizarse las siguientes conexiones:

Conexiones del multi EA 4000	Objetivo
"valve"	⇒ "valve (HT)" en el módulo de TIC
"analyte"	⇒ "analyte (HT)" en el módulo de TIC
"O ₂ "	⇒ Conexión de gas para oxígeno
Cable de alimentación de red	⇒ alimentación de red
"COM"	⇒ "COM (HT)" en el módulo de TIC
"pump"	⇒ "pump" en el módulo de C/S
"Ar"	⇒ Conexión de gas para argón
"out"	⇒ salida abierta
Otras conexiones del módulo de C/S	Objetivo
"PC"	⇒ conexión USB para la conexión al ordenador
"valve"	⇒ "valve (module)" en el módulo de TIC
"scale"	⇒ báscula externa (opcional)
"COM"	⇒ "COM (module)" en el módulo de TIC
"sampler"	⇒ conexión del cargador de muestras FPG 48
"analyte"	⇒ "analyte (module)" en el módulo de TIC Entre estas dos conexiones debe colocarse la trampa de polvo (véase Fig. 22 pág. 38).
conector para enchufe de alimentación de red	⇒ alimentación de red
Otras conexiones del módulo de TIC	Objetivo
"waste"	⇒ Conexión de la manguera de desechos para desviar la condensación
conector para enchufe de alimentación de red	⇒ alimentación de red

Sistema de mangueras

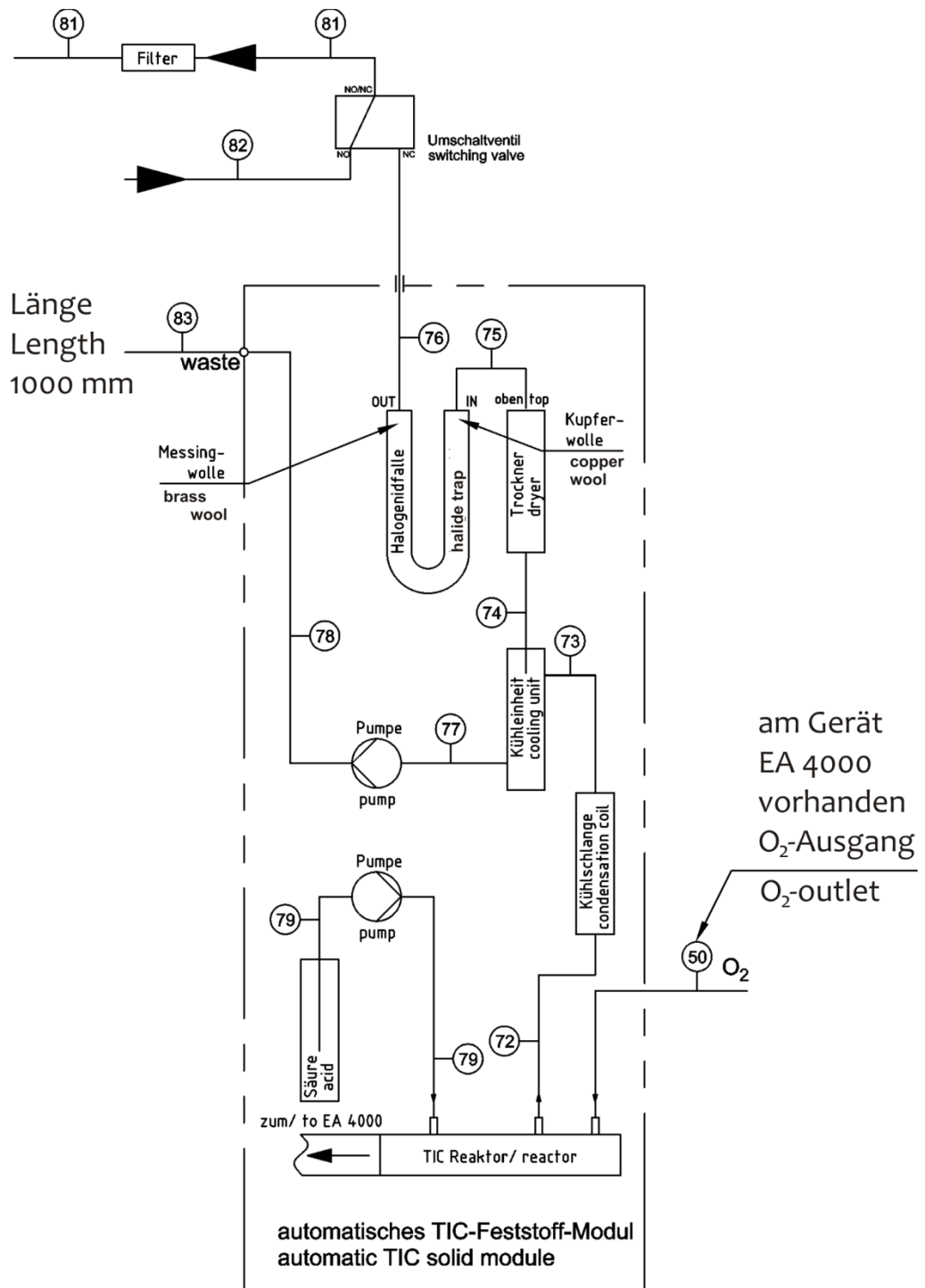


Fig. 40 Sistema de mangueras del módulo de sólidos automático de TIC

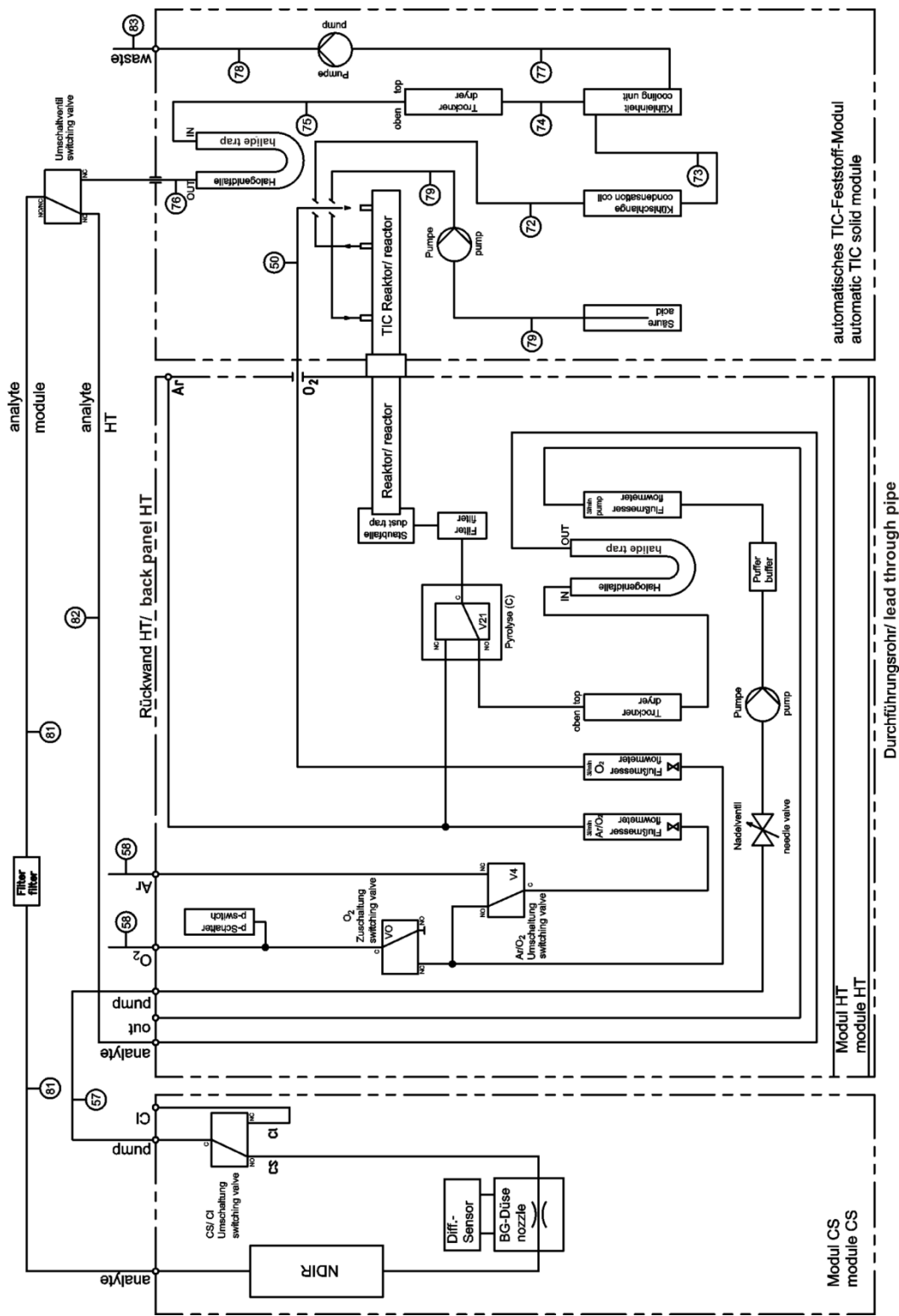


Fig. 41 Sistema de mangueras multi EA C/S con módulo de sólidos automático de TIC conectado

10.3.5 Colocación del módulo manual de TIC

Establecimiento de conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo de C/S – módulo de sólidos de TIC deben realizarse las siguientes conexiones:

Conexiones del multi EA 4000	Objetivo
"valve"	⇒ "valve" en el módulo de C/S
"analyte"	⇒ Abierto
"O ₂ "	⇒ Conexión de gas para oxígeno
Cable de alimentación de red	⇒ alimentación de red
"COM"	⇒ "COM" en el módulo de C/S
"pump"	⇒ Abierto
"Ar"	⇒ Conexión de gas para argón
"out"	⇒ salida abierta
Conexiones del módulo de C/S	Objetivo
"PC"	⇒ conexión USB para la conexión al ordenador
"scale"	⇒ báscula externa (opcional)
"pump"	⇒ Abierto
conector para enchufe de alimentación de red	⇒ alimentación de red
Conexión "analyte"	⇒ Módulo de TIC "analyte"
Otras conexiones del módulo de TIC	
"O ₂ "	⇒ conexión de gas para oxígeno con conexión rápida Ajustar la presión previa de oxígeno de 2 a 4 bar
conector para enchufe de alimentación de red	⇒ alimentación de red

Sistemas de mangueras

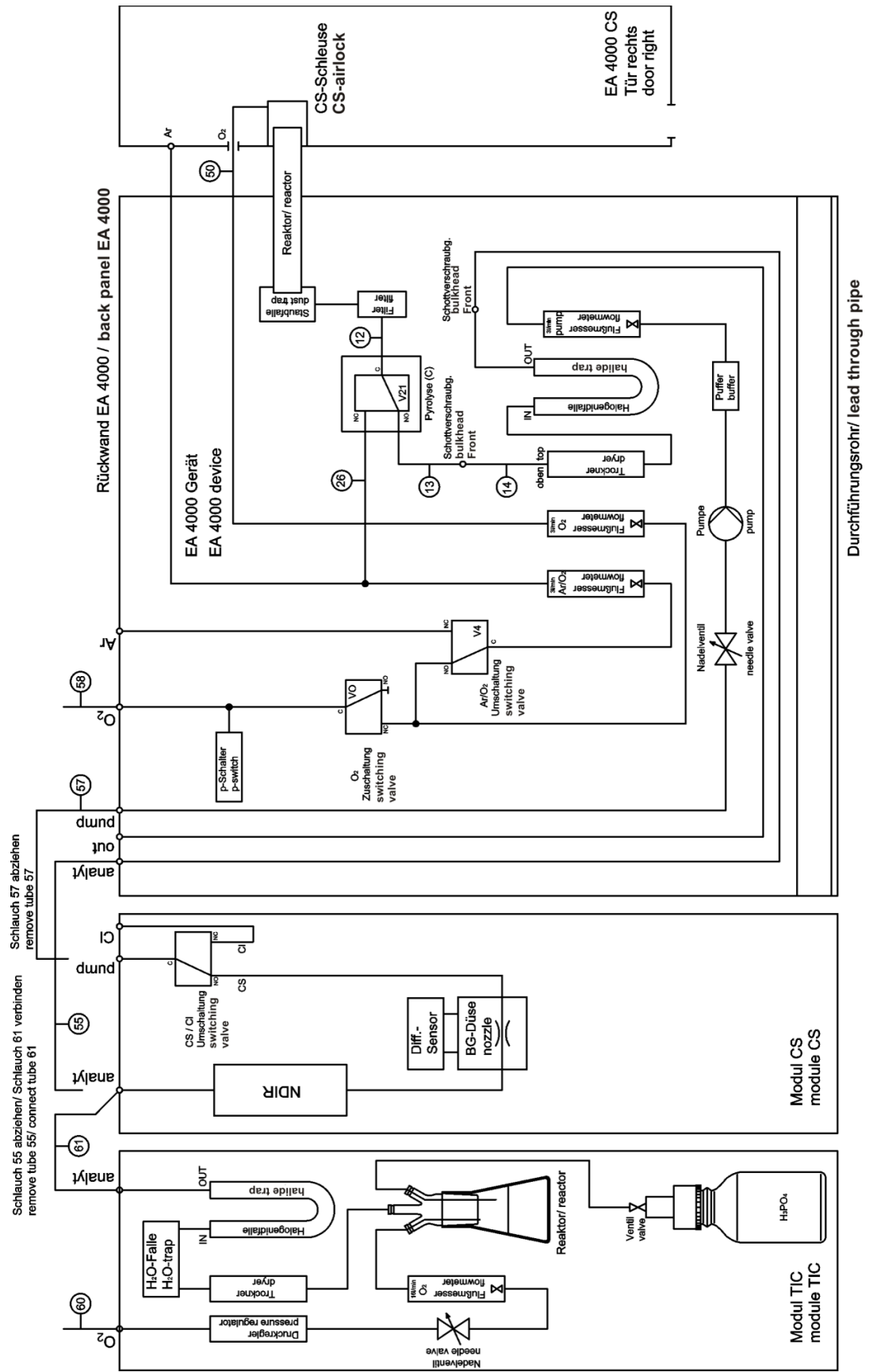


Fig. 42 Sistema de mangueras multi EA C/S con módulo de sólidos manual de TIC

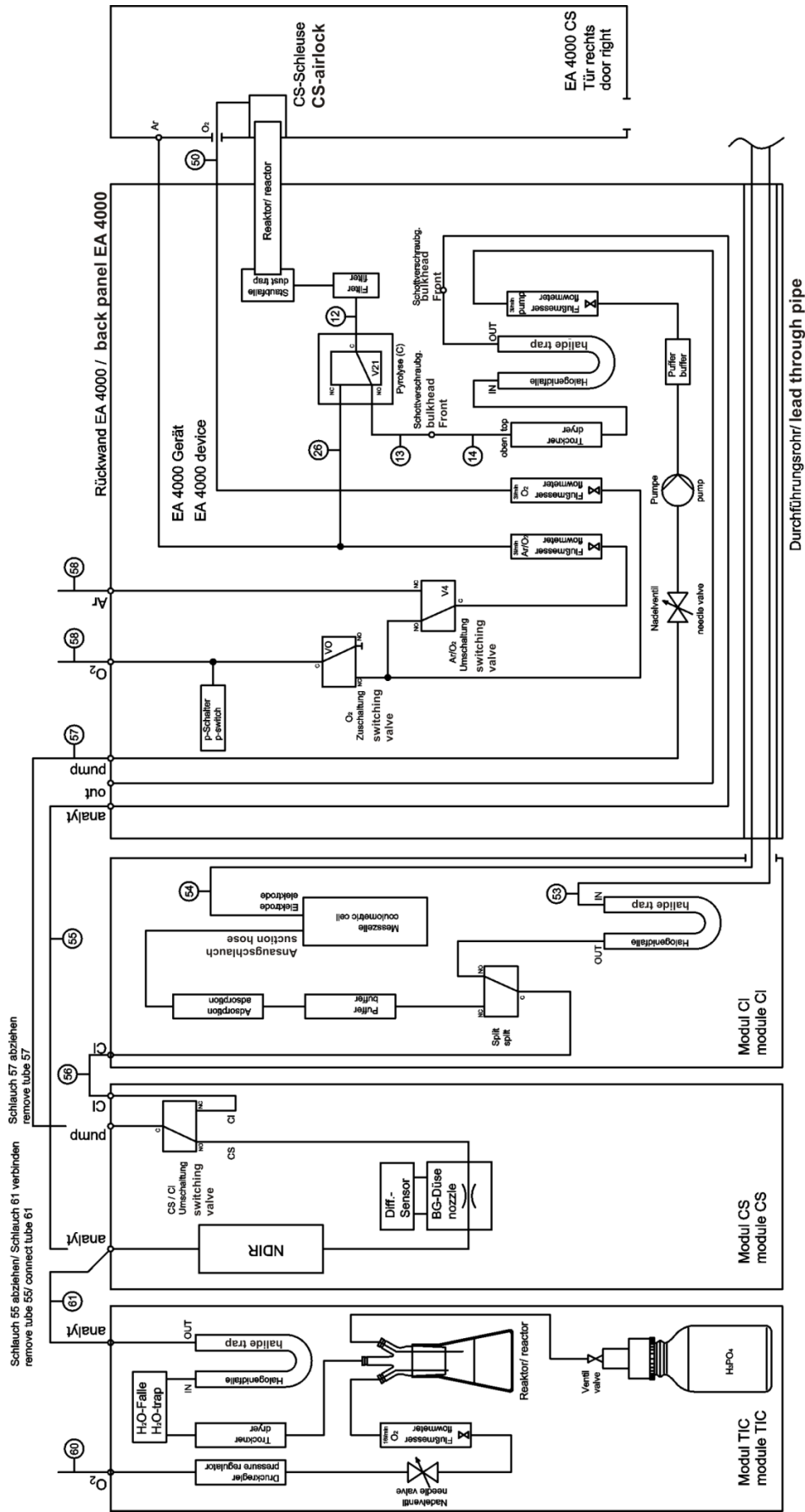


Fig. 43 Sistema de mangueras multi EA C/CI con módulo de sólidos manual de TIC

10.4 Conexión y utilización del cargador de muestras FPG 48




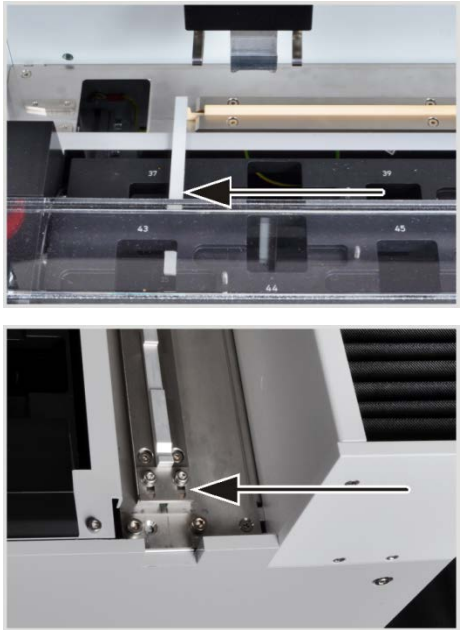
PRECAUCIÓN

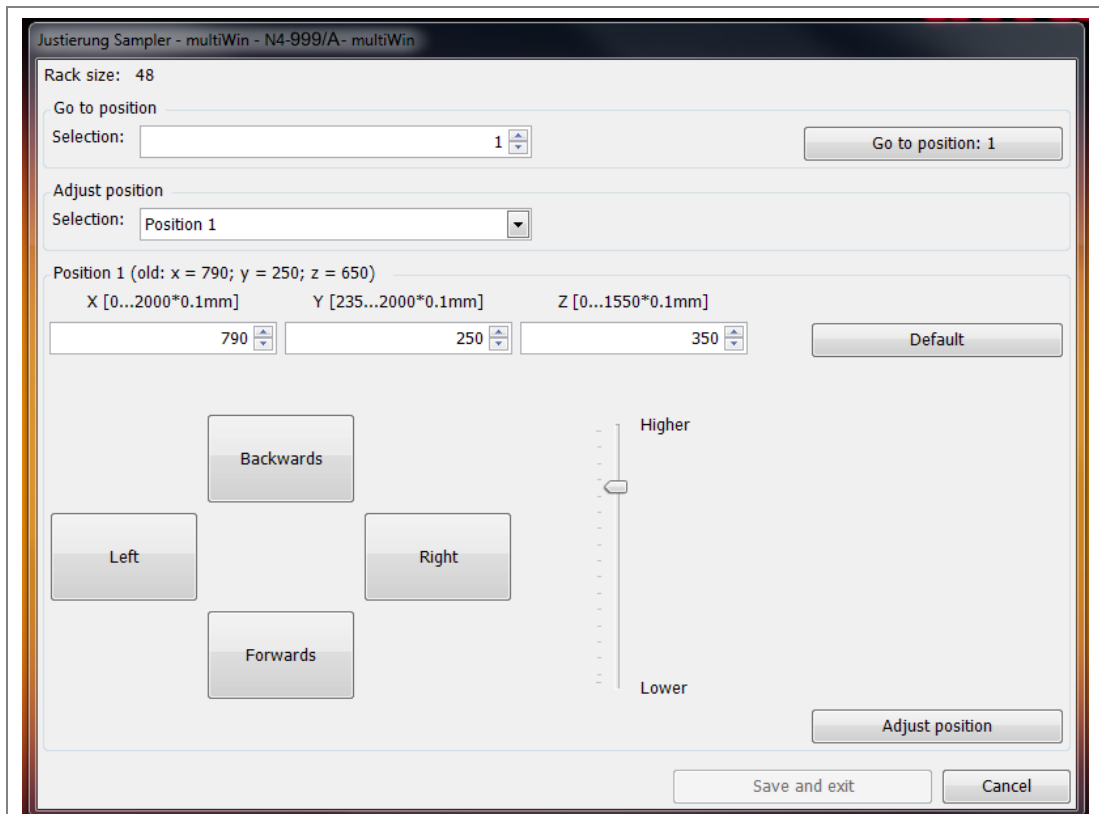
Observar que al colocar y antes de procesar las muestras que el cargador de muestras esté colocado en paralelo respecto al equipo base y al mismo nivel que el tubo de trabajo. Si la navecilla de muestras se introduce torcida o a la altura incorrecta en el tubo de trabajo del horno, el gancho de cerámica puede torcerse o el tubo puede dañarse.

10.4.1 Colocación y ajuste del cargador de muestras FPG 48

Conecte el automuestreador al analizador según se indica a continuación:

	<ol style="list-style-type: none"> 1. Coloque el automuestreador en el lado derecho del analizador. 2. Conecte el cable del lado de baja tensión de la fuente de alimentación de la mesa al conector que se encuentra en la parte posterior del automuestreador. Conecte la fuente de alimentación a la red eléctrica. 3. Conecte el cable de datos serial suministrado a la interfaz "sampler" situada en la parte posterior del automuestreador. Conecte el otro extremo del cable con la interfaz "sampler" que se encuentra en la parte posterior del módulo con la unidad de control (módulo C/S y/o módulo CI). 4. Conecte el sensor de navecillas a la conexión „aux“ en la parte posterior del automuestreador. 5. Conecte el conductor de puesta a tierra a la conexión en la parte posterior del equipo básico.
	<ol style="list-style-type: none"> 6. Coloque el automuestreador en posición paralela al equipo básico. El alargamiento del gancho tiene que encontrarse en posición central con respecto a la esclusa de gas. Atención: Entre el FPG 48 y la esclusa de gas tiene que quedar una rendija de aprox. 2 mm para compensar la expansión térmica del tubo de combustión. El FPG 48 no debe presionar contra la esclusa de gas. 7. Corrija la altura del automuestreador con ayuda de los pies regulables en altura, dado el caso. El borde inferior de la abertura de la esclusa de gas tiene que encontrarse en el mismo nivel que el borde superior de la bandeja portaobjetos del

	<p>automuestreador.</p> <ol style="list-style-type: none"> 8. Coloque el gancho cerámico en el riel de guía del automuestreador. 9. Coloque la biela sobre el gancho, de modo que el gorrón se encuentre dentro de la ranura. 10. Coloque una navecilla en el mecanismo de avance (enganche el ojete de la navecilla en el gancho) y empuje la navecilla con la mano cuidadosamente al interior del horno. Preste atención a que el gancho no ladee o avance de manera oblicua. Si no, corrija la posición del automuestreador.
	<p>Compruebe la posición de partida del gancho cerámico. El gancho debe estar alineado con el borde derecho de la posición izquierda de la navecilla (aquí posición 37).</p> <ol style="list-style-type: none"> 11. Coloque una tira de papel o de plástico recta (p. ej., una regla) contra el borde y alinee la punta del gancho cerámico en esa línea recta. 12. Si el ajuste realizado en la fábrica no es correcto, afloje los tornillos en la chapa de tope del riel de guía. Empuje la chapa metálica hasta que tenga contacto con el extremo de la biela. Fije la chapa de tope con los tornillos.
<p>Atención: No mueva el brazo del automuestreador a mano cuando el automuestreador está encendido. Los accionamientos del FPG 48 se podrían dañar.</p> <p>Ajuste de la pinza</p> <p>Alinee la pinza con ayuda del software multiWin con las siguientes posiciones:</p> <ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Posición 1 <input type="checkbox"/> Posición de desplazamiento <input type="checkbox"/> Riel eyector (p. ej., después de la instalación del módulo automático de sustancias sólidas TIC) <p>Posición 1</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Encienda el equipo básico, el detector con la unidad de control, el módulo automático de sustancias sólidas TIC en su caso y el FPG 48. Arranque el software multiWin e inicialice el analizador. 2. Seleccione el comando de menú SYSTEM / SAMPLER ALIGNMENT. A continuación se abrirá la ventana que lleva el mismo nombre. 	




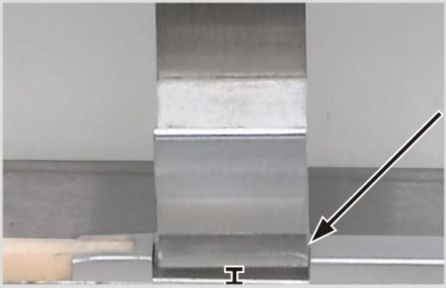
3. Coloque la pieza auxiliar de ajuste en la posición de la navicilla a ajustar en el rack (aquí posición 37).
4. Seleccione en la lista la opción POSITION 1 y haga clic sobre [ADJUST POSITION]. El brazo del automuestreador se desplazará hacia la posición izquierda de la navicilla.
5. Compruebe si la pinza se encuentra encima de la abertura de la pieza auxiliar de ajuste en posición central y puede entrar en la abertura sin ninguna dificultad. Corrija la alineación en dirección de los ejes x e y con ayuda de las teclas de dirección, dado el caso.

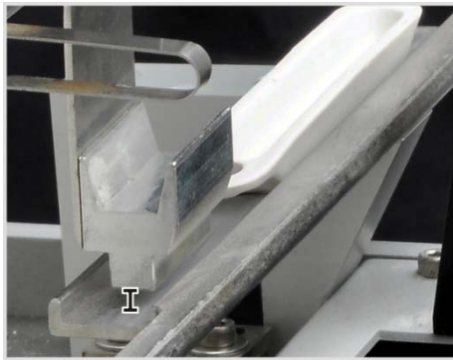
Seleccione para el ajuste aproximado un valor z de 350 y para el ajuste fino valores de 450-550. De esta manera evita que la pinza choque fuertemente contra el automuestreador.

Compruebe las modificaciones haciendo clic sobre [ADJUST POSITION].

6. Ajuste la profundidad de descenso de la pinza.

Haga nuevamente clic sobre [ADJUST POSITION] y retire la pieza auxiliar de ajuste cuando el brazo del automuestreador se desplace a la posición inicial.

	<ol style="list-style-type: none"> 7. Ajuste la profundidad de descenso de la pinza con el regulador HIGHER / LOWER y ajuste la nueva posición con un clic sobre [ADJUST POSITION]. 8. Repita este proceso hasta que la pinza se encuentre sólo unos pocos milímetros debajo del portaobjetos de la navecilla. De esta manera evita que la navecilla se corra al ser sujeta por la pinza. 9. Haga clic en [SAVE AND EXIT].
	<p>Posición de desplazamiento</p> <p>La posición de desplazamiento es la entalladura en la biela del gancho cerámico. El brazo del automuestreador se introduce en la entalladura y empuja el gancho al interior del horno.</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Coloque el gancho cerámico con la biela contra la chapa de tope del FPG 48. 2. Seleccione en la ventana SAMPLER ALIGNMENT la opción SLIDING POSITION de la lista y haga clic en [ADJUST POSITION]. El brazo del automuestreador se moverá hacia la posición de desplazamiento. 3. Ajuste la profundidad de descenso de la pinza con ayuda del regulador HIGHER / LOWER. Ajuste con los botones [LEFT]/[RIGHT] y [BACKWARDS]/[FORWARDS] la posición de la entalladura. La pinza se tiene que ajustar de tal modo que quede alineada a la derecha y en el centro de la entalladura. La pinza debe colgar aprox. 1 mm encima de la entalladura. El brazo del automuestreador no debe ejercer ninguna presión hacia abajo sobre la biela. 4. Ajuste la nueva posición haciendo clic sobre [ADJUST POSITION]. 5. Repita el proceso hasta que el ajuste sea suficiente. A continuación haga clic en [SAVE AND EXIT].



Riel eyector

Sólo si el portaobjetos de navecillas está montado (p. ej., al utilizar el módulo automático de sustancias sólidas TIC)

1. Seleccione en la ventana SAMPLER ALIGNMENT la opción EJECTION RAIL de la lista y haga clic en [ADJUST POSITION].
2. Ajuste la profundidad de descenso de la pinza con ayuda del regulador HIGHER / LOWER.

La pinza tiene que colgar aprox. 1 mm encima del riel y no debe tener contacto.

3. Coloque una navecilla junto a la pinza y compruebe que la navecilla no pueda deslizarse debajo de la pinza.
4. Ajuste la nueva posición haciendo clic sobre [ADJUST POSITION].
5. Una vez ajustada la posición, haga clic en [SAVE AND EXIT].

10.4.2 Equipar el cargador de muestras FPG 48






PRECAUCIÓN: ¡PELIGRO DE APLASTAMIENTO!

Puede producirse el aplastamiento de la mano por el rack de muestras giratorio y la pinza móvil de las navecillas.

- Tenga mucha precaución al equipar el rack de muestras.
- Después de realizar el equipamiento, cierre la cubierta de vidrio acrílico sobre el rack de muestras.
- No sujete el rack de muestras o las pinzas de las navecillas durante una medición en curso.

El equipamiento del FPG 48 se realiza durante la preparación de medición del multi EA 4000. El multi EA 4000 y el FPG 48 deben ser encendidos e inicializados en el programa multiWin.

6. Cargue las navecillas de cerámica con el material de muestra y coloque las navecillas junto al cargador de muestras.
7. Suba la cubierta sobre el rack de muestras.
8. Gire el rack de muestras a la posición deseada mediante los botones  y  y  en multiWin.



9. Coloque las navecillas cargadas en la posición de muestras correspondiente. La clavija metálica corta a la derecha junto a la posición de muestras debe sobresalir en el ojal de la navecilla.
10. Baje la cubierta tras el equipamiento del rack de muestras.

10.4.3 Interrupción de la medición con el cargador de muestras FPG 48

Tras la interrupción manual de la medición o la interrupción debida a un fallo del equipo, el gancho de cerámica puede quedar situado en una posición inadecuada y romperse al reiniciar la medición.

- Desplace el gancho de cerámica con la mano hasta el tope final antes de volver a continuar la medición.

10.4.4 Reequipamiento del automuestreador FPG 48 con un sensor de navecillas

El sensor de navecillas supervisa la transferencia de la navecilla desde el automuestreador FPG 48 hasta el interior del horno. El sensor detecta los siguientes fallos:

- Navecilla cerámica quebrada
- Ninguna navecilla cerámica en el gancho

Si se detecta uno de estos fallos, la medición es cancelada de inmediato. En el software multiWin aparecerá un mensaje de error.

Nota: El sensor de navecillas también se puede pedir y reequipar por separado.

Instale el sensor de navecillas en el automuestreador como se indica a continuación:



1. Deslice el sensor de navecillas desde la izquierda sobre el riel de guía corto del FPG 48.
2. Fije el sensor de navecillas con ayuda de los dos tornillos de hexágono interior.
3. Conecte el sensor de navecillas a la conexión „aux“ en la parte posterior del automuestreador FPG 48.

Para reanudar una medición después de una interrupción:

1. Confirme el fallo en el software.

2. Retire la navecilla rota, dado el caso.
3. Empuje el gancho cerámico a mano hasta el tope final.
4. Reinicialice el equipo.

10.4.5 Reequipamiento del automuestreador FPG 48 con portaobjetos de navecillas

El automuestreador se tiene que modificar para poder realizar mediciones con el módulo automático de sustancias sólidas TIC. El automuestreador es reequipado con un riel eyector para navecillas usadas y una cubierta para la biela más larga.

Nota: El portaobjetos de navecillas también se puede pedir y reequipar por separado.

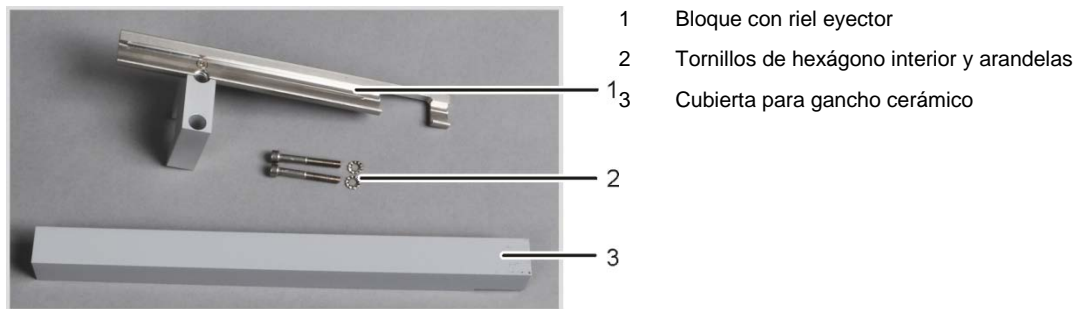
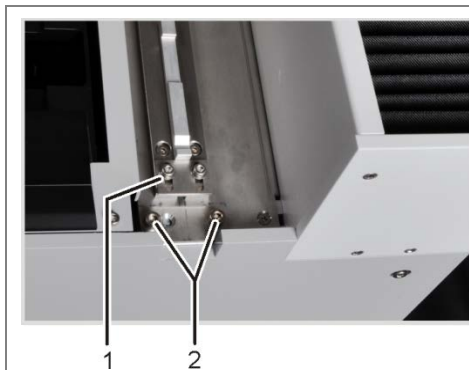


Fig. 44 Kit de reequipamiento del FPG 48 para la utilización del portaobjetos de navecillas



1. Desmonte la chapa de tope del riel de guía (1).
2. Retire los dos tornillos de hexágono interior (2).

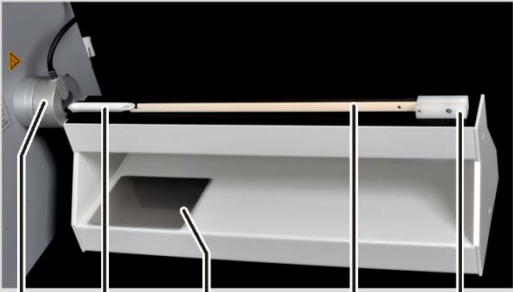


3. Atornille el bloque con el portaobjetos de navecillas flojamente en el FPG 48 utilizando los tornillos suministrados.
4. Deslice la cubierta del gancho debajo del bloque.

	<ol style="list-style-type: none"> 5. Coloque el gancho cerámico en el riel de guía del automuestreador. 6. Coloque la biela sobre el gancho, de modo que el gorrón se encuentre dentro de la ranura. 7. Ajuste el gancho cerámico en la posición de partida. La punta del gancho debe estar alineada con el borde derecho de la posición izquierda de la navecilla (aquí posición 37). <p>Coloque una tira de papel o de plástico recta (p. ej., una regla) contra el borde y alinee el gancho cerámico en esa línea recta.</p>
	<ol style="list-style-type: none"> 8. Desplace la cubierta de tal modo que el extremo posterior de la biela toque la chapa de tope al final de la cubierta. (Para la chapa de tope, véase el detalle de la imagen.) 9. Apriete los tornillos de hexágono interior en el bloque a mano, fijando la cubierta de esta manera en su posición ajustada.
<ol style="list-style-type: none"> 10. Inicie el software multiWin e inicie sesión como administrador. 11. Seleccione el comando de menú DEVICE / DEVICE – EDIT. A continuación se abrirá la ventana que lleva el mismo nombre. 12. Marque en la zona ACCESSORY MODULES bajo el punto EJECTION RAIL la casilla con una señal de conforme. 13. Ajuste la posición de la pinza en relación al riel eyector (véase la sección "Colocación y ajuste del cargador de muestras FPG 48" en pág. 145). 	

10.5 Utilización del avance manual de alimentación muestras

Colocar el avance manual de muestras como se indica a continuación:

	<ol style="list-style-type: none"> Colocar el avance manual de muestras delante de la trampa de gas. Orientar el avance manual de muestras de modo que la navicilla de cerámica se introduzca justo en el centro de la trampa de gas. La distancia entre el avance de muestras y la trampa de gas debería ser de aprox. 2 mm. Colocar una navicilla con el ojal en el gancho del avance de muestras e introducir la navicilla en el horno. <p>Atención: Sujetar el gancho sólo por la empuñadura. Existe peligro de quemaduras en el horno caliente.</p> <p>Asegurarse de que la navicilla no entre torcida. Si así fuera, corregir la posición del avance de muestras.</p> 																				
<table border="0"> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>2</td> <td>3</td> <td>4</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>Trampa de gas</td> <td>4</td> <td>Gancho de cerámica</td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>Navicilla de cerámica</td> <td>5</td> <td>Empuñadura</td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>Bandeja</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	1	2	3	4	5	1	Trampa de gas	4	Gancho de cerámica		2	Navicilla de cerámica	5	Empuñadura		3	Bandeja				<ol style="list-style-type: none"> Sacar las navicillas calientes del gancho con unas pinzas y colocarlas en la bandeja para que se enfríen.
1	2	3	4	5																	
1	Trampa de gas	4	Gancho de cerámica																		
2	Navicilla de cerámica	5	Empuñadura																		
3	Bandeja																				

10.6 Conexión y uso de la báscula externa

Al utilizar una báscula externa pueden registrarse las masas de las muestras directamente en la tabla de secuencias.

1. Conectar la báscula a la conexión "scale" del módulo de C/S o del módulo de CI.
2. Conectar la báscula a la red.
3. Ajustar la tasa de baudios a 9.600.
4. El resto de los ajustes se pueden extraer de la documentación de la báscula.

Para registrar el peso neto de la muestra, seguir los pasos siguientes:

1. Iniciar la medición hasta la entrada de la secuencia de análisis.
2. En la tabla de secuencia, hacer clic en el campo WEIGHT de la muestra.
3. Pesar la muestra en una navecilla.
4. Registrar el valor de la báscula con [OK].
 - ✓ **El peso neto se muestra en el campo de entrada.**
5. Repetir los pasos (2) – (4) para cada línea de la secuencia.

11 Eliminación de residuos



PROTECCIÓN DEL MEDIO AMBIENTE

Es necesario eliminar los residuos neutralizados de acuerdo a las regulaciones legales de eliminación en vigor.

Ácido sulfúrico

El secante utilizado de la determinación de Cl primero se diluye con cuidado con agua y después se neutraliza con sosa cáustica. Observar las indicaciones peligro correspondientes y los consejos de seguridad. Estos residuos neutralizados se tienen que eliminar de acuerdo con las disposiciones legales sobre una eliminación adecuada.

Perclorato de magnesio

El secante utilizado de la determinación de C y S es vertido en una solución de tiosulfato sódico –eventualmente mediante acidificación– para convertirlo en productos de reacción menos peligrosos. Es necesario eliminar los residuos neutralizados (dado el caso) de acuerdo a las regulaciones legales de eliminación en vigor.

Solución de electrolito

La solución de electrolito se neutraliza con cuidado y se recoge en recipientes como residuos de sal de plata. Es necesario eliminarlos de acuerdo a las regulaciones legales de eliminación y reciclaje en vigor.

Adsorbente

El carbón activado utilizado para la adsorción de vapores de ácido acético debería eliminarse de acuerdo a las regulaciones públicas.

Trampa de halogenuro

La trampa de halogenuro contiene cobre. Ponerse en contacto con el órgano competente (autoridad o empresa de eliminación de residuos). Aquí recibirá información sobre la reutilización o eliminación.

Analizador

Según las disposiciones legales vigentes, el multi EA 4000 con sus componentes electrónicos debe ser eliminado como chatarra electrónica al final de su vida útil.