

Manual de usuario

multi EA 4000

Analizador elemental

Análisis de sólidos C, S y Cl



Productor	Analytik Jena GmbH Konrad-Zuse-Str.1 07745 Jena · Alemania Teléfono + 49 3641 77 70 Fax + 49 3641 77 9279 Correo electrónico info@analytik-jena.com
Servicio al cliente	Analytik Jena GmbH Konrad-Zuse-Str. 1 07745 Jena · Alemania Teléfono + 49 3641 77 7407 Correo electrónico service@analytik-jena.com
Información general	http://www.analytik-jena.com
Edición	A (01/2021)
Realización de la documentación técnica	Analytik Jena GmbH

Contenido

1	Información básica	7
1.1	Indicaciones sobre el manual de usuario	7
1.2	Uso previsto	8
1.3	Garantía y responsabilidad	9
2	Indicaciones de seguridad	10
2.1	Símbolos de seguridad en el analizador.....	10
2.2	Estado técnico.....	11
2.3	Requisitos del personal	11
2.4	Indicaciones de seguridad para transporte y puesta en marcha	12
2.5	Indicaciones de seguridad para el funcionamiento	13
2.5.1	Generalidades	13
2.5.2	Indicaciones de seguridad para protección contra explosiones/incendios	14
2.5.3	Indicaciones de seguridad eléctricas	14
2.5.4	Indicaciones de seguridad para instalaciones y recipientes de gas comprimido	14
2.5.5	Manejo de materiales de trabajo y auxiliares.....	15
2.5.6	Indicaciones de seguridad sobre mantenimiento y reparación	16
2.6	Comportamiento en caso de emergencia.....	17
3	Funcionamiento y montaje	18
3.1	Resumen general.....	18
3.2	Equipo base.....	18
3.2.1	Sistema de combustión	19
3.2.2	Sistema de mangueras	19
3.2.3	Componentes para la limpieza y secado del gas de medición	20
3.2.4	Elementos de indicación y de manejo, conexiones	22
3.3	Módulo C/S	25
3.4	Módulo Cl.....	26
3.4.1	Subgrupo de coulómetro y célula de medición	27
3.4.2	Tubo de combustión y secado del gas de medición.....	29
3.4.3	Depuración del gas de medición.....	30
3.4.4	Conexiones.....	30
3.5	Módulo de materia sólida TIC automático.....	32
3.5.1	Datos técnicos.....	33
3.5.2	Montaje.....	33
3.6	Módulo de materia sólida TIC manual	37
3.6.1	Datos técnicos.....	37
3.6.2	Estructura del módulo de materia sólida TIC manual	38
3.7	Otros accesorios opcionales	41
3.7.1	Automuestreador.....	41
3.7.2	Sensor de llama	41
3.7.3	Balanza.....	41
4	Procedimiento de medición.....	42
4.1	Análisis de TC/TS.....	42
4.2	Análisis de TIC.....	42
4.3	Análisis de TOC.....	43
4.3.1	Método diferencial para el análisis de TOC	43
4.3.2	Método directo para el análisis de TOC.....	44
4.4	Determinación de carbono por pirólisis: TC-EC (opcional)	44
4.5	Evaluación de datos en el modo C/S	44
4.5.1	Métodos de calibración	44
4.5.2	Factor diario.....	45
4.5.3	Características del proceso	46
4.5.4	Otros cálculos.....	46
4.6	Determinación de Cl	47
4.7	Evaluación de datos en el modo Cl	47

4.7.1	Rutina de punto final.....	47
4.7.2	Medición con separación / factor de separación	47
4.7.3	Evaluación	48
5	Puesta en marcha.....	49
5.1	Requisitos generales.....	49
5.1.1	Condiciones de colocación.....	49
5.1.2	Espacio necesario.....	49
5.1.3	Alimentación eléctrica.....	49
5.1.4	Suministro de gas	50
5.2	Desembalaje y colocación del analizador.....	50
5.3	Emplazamiento del analizador con diferentes módulos de detección	51
5.3.1	Emplazar el multi EA 4000	51
5.3.2	Emplazar el multi EA 4000 CI	53
5.3.3	Emplazar el multi EA 4000 CI	55
5.3.4	Emplazamiento del módulo de materia sólida TIC automático.....	58
5.3.5	Emplazamiento del módulo de materia sólida TIC manual	61
5.4	Conectar y utilizar el automuestreador	64
5.4.1	Emplazamiento y ajuste del automuestreador FPG 48.....	64
5.4.2	Instalación del sensor de navcillas.....	68
5.4.3	Reequipar el automuestreador FPG 48 con portador de navcillas	68
5.4.4	Interrupción de medición mientras se utiliza el automuestreador FPG 48.....	70
5.4.5	Utilizar el avance manual de muestras.....	70
5.5	Conectar y utilizar una balanza externa	71
6	Manejo	72
6.1	Encender / fase de calentamiento / ajuste.....	72
6.2	Medición C/S.....	73
6.2.1	Preparar el multi EA 4000 y el módulo C/S	73
6.2.2	Realizar mediciones de C/S.....	77
6.3	Determinación de carbono por pirólisis.....	79
6.3.1	Preparar el multi EA 4000 y el módulo C/S	79
6.3.2	Ejecutar la determinación de carbono por pirólisis	79
6.4	Determinación de Cl	82
6.4.1	Preparar el multi EA 4000 para mediciones de Cl.....	82
6.4.2	Elaboración de la solución de electrolito.....	88
6.4.3	Preparar la célula de medición.....	89
6.4.4	Rutina de punto final.....	90
6.4.5	Realizar la medición de Cl	90
6.4.6	Comprobación de la proporción de separación.....	94
6.4.7	Recocido de las navcillas de cuarzo	94
6.5	Determinación del TIC/TOC con módulo de materia sólida TIC automático.....	94
6.5.1	Preparar el módulo de materia sólida TIC automático.....	94
6.5.2	Reactivos necesarios.....	99
6.5.3	Determinación del TIC con módulo de materia sólida TIC automático	99
6.5.4	Determinación de TOC según el procedimiento diferencial con el módulo de materia sólida TIC automático	101
6.5.5	Medición del TOC mediante determinación directa	104
6.6	Determinación del TIC con módulo de materia sólida TIC manual.....	106
6.6.1	Preparar el módulo de materia sólida TIC manual	106
6.6.2	Realizar la medición de TIC.....	107
7	Mantenimiento y cuidado	110
7.1	Equipo base multi EA 4000.....	110
7.1.1	Limpiar y conservar el equipo	110
7.1.2	Comprobar las conexiones de las mangueras	110
7.2	Funcionamiento con el módulo C/S.....	111
7.2.1	Comprobar y cambiar el tubo de cerámica.....	111
7.2.2	Limpiar la trampa de polvo	114
7.2.3	Cambiar el desecante en el tubo de secado	115

7.2.4	Renovar la trampa de halogenuro.....	116
7.3	Funcionamiento con el módulo Cl	117
7.3.1	Cambiar el ácido sulfúrico/limpiar el recipiente de ácido sulfúrico	118
7.3.2	Mantenimiento/cambio del tubo de combustión de vidrio de sílice	119
7.3.3	Mantenimiento del electrodo combinado.....	120
7.3.4	Mantenimiento de la célula de medición.....	122
7.3.5	Renovar el agente de adsorción	122
7.4	Funcionamiento con módulo de materia sólida TIC automático	123
7.4.1	Limpiar el reactor TIC del módulo de materia sólida TIC automático	124
7.4.2	Limpiar el serpentín de condensación.....	126
7.4.3	Desmontaje y sustitución de la manguera de bombeo	126
7.4.4	Limpiar el recipiente de condensado.....	129
7.5	Módulo de materia sólida TIC manual	129
7.5.1	Limpiar el reactor TIC del módulo de materia sólida TIC manual.....	130
7.6	Sustitución de las trampas de agua	130
8	Eliminación de errores	131
8.1	Indicaciones generales	131
8.2	Mensajes de error en multiWin	131
8.3	Indicaciones en la ventana ESTADO DE DISPOSITIVOS.....	137
8.4	Errores del equipo.....	139
8.4.1	Equipo base.....	139
8.4.2	Módulo C/S	140
8.4.3	Módulo Cl	141
8.5	Error en la comunicación del equipo	142
8.6	Problemas analíticos	143
8.6.1	Determinación de C/S	143
8.6.2	Determinación de Cl	144
8.6.3	Determinación del TIC (módulo de materia sólida TIC automático)	145
8.6.4	Determinación del TIC (módulo de materia sólida TIC manual)	145
8.6.5	Mediciones en el modo de pirólisis (EC)	146
9	Transporte y almacenamiento	147
9.1	Transporte.....	147
9.1.1	Preparación del analizador para el transporte	147
9.1.2	Desmontar los elementos calefactores y el cartucho del horno	149
9.1.3	Indicaciones para el transporte.....	151
9.1.4	Recolocación del analizador en el laboratorio	151
9.2	Almacenamiento	152
10	Eliminación.....	153
11	Especificaciones.....	154
11.1	Datos técnicos.....	154
11.2	Normas y directivas	157

Ilustraciones

Fig. 1	Esclusa de gas y horno horizontal del equipo base multi EA 4000.....	19
Fig. 2	Regulador de flujo en el equipo base multi EA 4000	20
Fig. 3	Trampa de polvo en el horno de combustión	21
Fig. 4	Filtro de polvo.....	21
Fig. 5	Tubo de secado y trampa de halogenuro.....	22
Fig. 6	Luz de estado en el equipo base multi EA 4000	22
Fig. 7	Elementos de manejo detrás de las puertas frontales del multi EA 4000	23
Fig. 8	Conexiones en el lado derecho del multi EA 4000.....	23
Fig. 9	Conexiones en el lado izquierdo del multi EA 4000	24
Fig. 10	Conexiones en la parte trasera del multi EA 4000.....	24
Fig. 11	Indicadores y conexiones en el módulo C/S	26
Fig. 12	Módulo Cl	27
Fig. 13	Estructura de la célula de medición.....	28
Fig. 14	Electrodo combinado para célula de medición	28
Fig. 15	Tubo de combustión de cuarzo con esclusa de gas	29
Fig. 16	Recipientes de ácido sulfúrico para el secado del gas de medición	29
Fig. 17	trampa de halogenuro y tubo de adsorción en el módulo Cl.....	30
Fig. 18	Conexiones del módulo Cl en combinación con un módulo C/S.....	31
Fig. 19	Conexiones para la célula de medición culombimétrica en el módulo Cl ..	31
Fig. 20	Módulo de materia sólida TIC automático.....	32
Fig. 21	Reactor TIC.....	33
Fig. 22	Bomba de manguera en el módulo de materia sólida TIC automático.....	34
Fig. 23	Secado y limpieza del gas de medición	35
Fig. 24	Filtro de polvo antes de la válvula inversora	35
Fig. 25	Conexiones en el módulo de materia sólida TIC automático.....	36
Fig. 26	Módulo de materia sólida TIC manual	37
Fig. 27	Reactor de TIC del módulo de materia sólida TIC manual.....	38
Fig. 28	Regulador de flujo para el flujo de oxígeno.....	38
Fig. 29	Bomba dosificadora para ácido	39
Fig. 30	Secado y limpieza del gas de medición	40
Fig. 31	Conexiones en el módulo de materia sólida TIC manual.....	40
Fig. 32	multi EA 4000 C/S.....	52
Fig. 33	multi EA 4000 Cl.....	54
Fig. 34	multi EA C/S Cl para mediciones de C/S	56
Fig. 35	multi EA 4000 C/S Cl para mediciones de Cl	57
Fig. 36	Módulo de materia sólida TIC automático.....	59
Fig. 37	multi EA 4000 C/S con módulo de materia sólida TIC automático.....	60
Fig. 38	multi EA 4000 C/S con módulo de materia sólida TIC manual	62
Fig. 39	multi EA 4000 C/S Cl con módulo de materia sólida TIC manual	63
Fig. 40	Set de reequipamiento del FPG 48 para el uso del portador de navcillas	69
Fig. 41	Esclusa para mediciones de C/S	74
Fig. 42	Tubo de cerámica con trampa de polvo y esclusa de gas.....	74
Fig. 43	Comprobar la trampa de halogenuro y el tubo de secado.....	76
Fig. 44	Tubo de combustión de cuarzo con esclusa de gas	82
Fig. 45	Pieza de acoplamiento para mediciones de Cl	83
Fig. 46	Piezas individuales para la conexión.....	95
Fig. 47	Conexión de manguera a la trampa de halogenuro.....	110
Fig. 48	Filtro de polvo	114
Fig. 49	Instalar las mangueras de bombeo	127
Fig. 50	Ventana STATUS ANALYZER.....	137

1 Información básica

1.1 Indicaciones sobre el manual de usuario

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

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

Normas

Las **instrucciones de manejo** están numeradas cronológicamente y recopiladas en unidades.

Las **advertencias** están señalizadas con un triángulo de advertencia y una palabra clave. Se indican el tipo y la fuente del peligro, así como sus consecuencias y cómo evitarlo.

Los elementos del programa de control y evaluación están representados de la siguiente manera:

- Los términos específicos del programa aparecen en versalita (p. ej., menú FILE).
- Los botones se representan entre corchetes (p. ej., el botón [OK]).
- Los puntos del menú están separados por flechas (p. ej., FILE ► OPEN).

Símbolos y palabras clave

En el presente manual se utilizan los siguientes símbolos y palabras clave para la indicación de peligros y/o indicaciones. Las advertencias de seguridad se encuentran siempre delante de una acción.



ADVERTENCIA

Avisa de una posible situación peligrosa, que puede conllevar la muerte o lesiones graves (cortes en extremidades).



PRECAUCIÓN

Avisa de una posible situación peligrosa que puede conllevar lesiones leves o moderadas.



TENGA EN CUENTA

Advierte sobre posibles daños materiales o ambientales.

1.2 Uso previsto

El analizador elemental multi EA 4000 es un dispositivo para la determinación del contenido total de carbono y/o azufre o para la determinación del contenido total de cloro en muestras sólidas o pastosas. Puede utilizarse también para la determinación de AOX con la adecuada preparación de muestras previamente.

El sistema puede configurarse y ampliarse según los requerimientos analíticos respectivos.

El analizador multi EA 4000 puede aplicarse en numerosos ámbitos gracias a su robusta estructura modular, su facilidad de uso y su ampliabilidad.

Gestión de residuos

El multi EA 4000 puede utilizarse en particular para la determinación del TIC/TOC en residuos, pero también para la determinación del contenido total de cloro en combustibles sustitutivos.

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 campo de aplicación importante para el multi EA 4000 es tanto la determinación de azufre en carbón o residuos de cenizas, como la determinación del carbono residual en cenizas de plantas incineradoras. La determinación de cloro en combustibles sustitutivos también es importante en este caso.

Comprobación de materiales

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

Investigación y enseñanza

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

El analizador multi EA 4000 solo se puede aplicar para los procedimientos descritos en este manual para la determinación del contenido de carbono total y/o de azufre total o para la determinación del contenido total de cloro en muestras pastosas o acuosas. ¡Cualquier otro uso diferente a estos se considerará 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. No se puede analizar ningún tipo de ácido concentrado.

El dispositivo solo se puede utilizar con oxígeno 2,5 o argón 4,6 o mejor.

La seguridad de aplicación del analizador multi EA 4000 solo está garantizada si éste se utiliza según las indicaciones de este manual. Dentro del uso previsto también se considera la observación de los requisitos de instalación prescritos por Analytik Jena GmbH, 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 GmbH.

Cualquier acción que difiera del modo de utilización descrito en el manual 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 dispositivo sin el previo consentimiento de Analytik Jena GmbH
- 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 dispositivo 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 este manual

2 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 este manual, así como los mensajes y avisos que se muestran en la pantalla procedentes del software de control y evaluación multiWin.


2.1 Símbolos de seguridad en el analizador

El analizador y los accesorios están provistos de advertencias y símbolos de aviso, 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:

Símbolos	Significado
	Advertencia sobre las superficies calientes
	Tensión eléctrica peligrosa
	Advertencia sobre lesiones en las manos por aplastamiento
	Sustancias perjudiciales para la salud
	Sustancias corrosivas
	Antes de abrir el equipo, desconecte el enchufe de red.
	Tenga en cuenta el manual de usuario.

Símbolos	Significado
	El equipo contiene sustancias reglamentadas. Analytik Jena GmbH garantiza que, con el uso previsto del equipo, no se producirán filtraciones de estas sustancias en los próximos 25 años y que, por tanto, dentro de dicho periodo no representan ningún riesgo para el medio ambiente y la salud.

2.2 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.

- ¡Cualquier manipulación de los dispositivos de seguridad está prohibida! ¡Las manipulaciones de 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 aplicación 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 las líneas de suministro previstas y concebidas para ello.
- Todos los dispositivos de seguridad y bloqueos tienen que estar accesibles y tienen que revisarse regularmente para comprobar su funcionamiento correcto.

2.3 Requisitos del personal

El analizador multi EA 4000 solo debe ser utilizado por personal técnico cualificado y debidamente instruido en el manejo del analizador. En las instrucciones también es necesario transmitir el contenido de este manual y de los manuales 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 este manual y los demás manuales de los equipos complementarios antes de llevar a cabo los trabajos correspondientes. Esto también se aplica cuando la persona encargada ya 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 del manual. 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 este manual, es necesario respetar las disposiciones generales de seguridad y prevención de accidentes vigentes del país donde se utilice. El estado actual de este código debe verificarlo la entidad explotadora.

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

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 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!

2.4 Indicaciones de seguridad para transporte y puesta en marcha

Básicamente, el emplazamiento del analizador debe ser realizado por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH 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 el manual de usuario.
- ¡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 contra la salud, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y cargar) el analizador en el laboratorio:
 - Por motivos de seguridad, son necesarias dos personas para transportar el analizador. Estas 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 el transporte de cargas sin medios auxiliares.
- Para el transporte que vaya más allá del cambio de posición dentro del edificio deben desmontarse los elementos calefactores y el cartucho del horno del equipo base. La reinstalación de dichas piezas y la puesta en marcha subsiguiente deben ser realizadas por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH o por personal cualificado autorizado por la empresa.
- ¡Peligro de daños a la salud debido a una descontaminación inadecuada! Realice y documente una descontaminación apropiada antes de devolver el equipo a Analytik Jena. El protocolo de descontaminación le será entregado por el servicio técnico cuando notifique la devolución.
Analytik Jena está obligada a rechazar la aceptación de equipos contaminados. El remitente puede ser responsable de los daños causados por la descontaminación insuficiente del equipo.

2.5 Indicaciones de seguridad para el funcionamiento

2.5.1 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 calentado sin tubo de combustión.
- El horno trabaja a temperaturas de hasta 1500 °C. Las piezas calientes (horno, esclusa de gas, trampa de polvo, navecillas) no se deben tocar durante o justo después del funcionamiento del analizador.
En el modo de funcionamiento manual, las navecillas calientes deben colocarse en la bandeja del avance manual o sobre cualquier otra superficie resistente al calor.
- No interrumpa la alimentación eléctrica durante el proceso automático de enfriamiento. En caso de fallo prolongado de la corriente eléctrica durante el funcionamiento, desconecte el enchufe y abra la pared lateral derecha del equipo base para

evitar daños por sobrecalentamiento. Al retirar la pared lateral existe peligro de lesionarse con piezas con cantos vivos. ¡No toque los elementos calefactores o el horno caliente!

- Los materiales inflamables deben mantenerse alejados del analizador.
- ¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navcillas se mueven durante el encendido, la inicialización, el ajuste y en el modo de medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.

2.5.2 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 dispositivos de extinción en la sala donde se utiliza el analizador.

2.5.3 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 peligrosas y corrientes elevadas.

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.
- Todos los trabajos en el interior del analizador deben ser realizados solo por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH o por técnicos especialmente autorizados. Se exceptúa aquí el desmontaje de los elementos calefactores y el cartucho del horno para el transporte. Sin embargo, la reinstalación y la puesta en marcha subsiguiente deben ser realizadas por el servicio técnico y personal técnico autorizado.
- 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 y los demás módulos de inmediato vía interruptor principal y extraer los enchufes de alimentación de red de las tomas de corriente.

2.5.4 Indicaciones de seguridad para instalaciones y recipientes de gas comprimido

Los gases portadores (argón y/u oxígeno) se toman de recipientes de gas comprimido o de las instalaciones de gas comprimido locales. Es necesario tener en cuenta la pureza del gas (→ ver sección "Datos técnicos" pág. 154).

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.
- Los recipientes de gas comprimido solo deben ser utilizados y almacenados en posición vertical y deben ser asegurados a una estructura fija o a un soporte adecuado para contenedores de gas comprimido. Mueva los recipientes de gas comprimido solo después de haberlos asegurado a un carro adecuado.
- Las mangueras de presión y los manorreductores solo se pueden utilizar para los gases clasificados.
- Las conexiones, mangueras, atornilladuras y manorreductores para el oxígeno deben mantenerse libres de grasa.
- El oxígeno es un agente oxidante fuerte que acelera considerablemente la combustión. Maneje los recipientes de oxígeno con precaución, pues en caso de que sustancias inflamables entren en contacto con oxígeno bajo alta presión pueden producirse explosiones graves.
- Las conexiones, mangueras y atornilladuras deben comprobarse regularmente por si presentaran zonas no herméticas o daños evidentes en el exterior. Las zonas no herméticas y los daños deben repararse de inmediato.
- Cualquier zona no hermética de la cual escapen gases (excepto oxígeno/aire) puede producir una atmósfera pobre en oxígeno, la cual puede provocar asfixia. El área en la que se almacenen recipientes de gas comprimido y el área alrededor del equipo deben ser ventiladas suficientemente para evitar que se forme una atmósfera pobre en oxígeno.
- 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!

2.5.5 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 estas. Esto atañe, en especial, a sustancias radioactivas, infecciosas, venenosas, corrosivas, inflamables, explosivas o peligrosas de cualquier manera.

Al manejar sustancias peligrosas, hay que respetar las instrucciones de seguridad y las normativas locales vigentes.

Las indicaciones generales siguientes no sustituyen a las normas locales específicas o a las normas establecidas en las hojas de datos de seguridad 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.
- Se debe tener especial precaución al manejar ácidos concentrados, como ácido sulfúrico y ácido acético, utilizados en el análisis, y el desecante perclorato de magnesio. Además, en el análisis de cloro pueden formarse vapores de ácidos acéticos que irritan seriamente las vías respiratorias.
Para elaborar la solución de electrolito se utilizan sustancias orgánicas perjudiciales para la salud, como metanol o timol.
- 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. El recipiente debe ser identificado correctamente. Observar las indicaciones de las etiquetas.
- Evitar la formación de polvo al trabajar con lana de cuarzo. Al aspirar polvo pueden producirse irritaciones de las vías respiratorias.
- 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 tienen que manejarse de acuerdo con las disposiciones locales vigentes sobre manipulación 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 lesiones.
- 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.

2.5.6 Indicaciones de seguridad sobre mantenimiento y reparación

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

Los trabajos de mantenimiento inadecuados pueden desajustar o dañar el analizador. Por ello, el usuario solo debe llevar a cabo las tareas indicadas en la sección «Mantenimiento y cuidado» pág. 110.

- Todos los trabajos de almacenamiento y reparación del analizador deben realizarse con el analizador apagado (siempre y cuando no se indique lo contrario).
- Antes de los trabajos de mantenimiento y reparación, es necesario interrumpir el suministro de gas y energía y ventilar el analizador.
- Solo se deben utilizar accesorios y piezas de repuesto originales de Analytik Jena GmbH. Es necesario observar las indicaciones establecidas en la sección "Mantenimiento y conservación".
- Todos los dispositivos de protección deben instalarse inmediatamente después de los trabajos de mantenimiento y reparación y comprobar su funcionalidad.

- La limpieza exterior del analizador debe realizarse con el analizador apagado y con un paño ligeramente húmedo que no gotee.
- Los trabajos de mantenimiento y cambio de los componentes del sistema (desmontaje del tubo de combustión, mantenimiento de la trampa de polvo) se deben realizar una vez que se haya dejado enfriar el analizador.

2.6 Comportamiento en caso de emergencia

En caso de situaciones de peligro o accidentes es necesario apagar el analizador mediante el interruptor principal (multi EA y módulos en la parte trasera de la carcasa) y desconectar los enchufes de las tomas 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, detectores de avería y peligro y los elementos de salvamento de primeros auxilios y estar familiarizados con su manejo.
- La entidad explotadora es responsable de la instrucción correspondiente del personal de servicio.
- Todos los elementos de primeros auxilios (botiquín de emergencia, líquidos para enjuagar los ojos, trajes, etc.), así como los medios para la extinción de fuegos (extintores) deben estar cerca y en todo momento fácilmente accesibles. Todos los elementos deben estar en perfecto estado y, por tanto, deben comprobarse regularmente.

3 Funcionamiento y montaje

3.1 Resumen general

El analizador multi EA 4000 tiene una estructura modular. El equipo base (unidad de combustión con módulo del horno HTS1500) se combina con uno o varios módulos de detección, según la tarea a realizar:

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

El cambio de determinación de C/S a determinación de Cl es posible sin necesidad de modificar las conexiones eléctricas. Al respecto, el tubo de cerámica se sustituye por un tubo de combustión de vidrio de sílice.

El traslado de la muestra al horno de combustión se realiza de manera:

- automática con el automuestreador FPG 48
- manual mediante un avance manual

El sistema del equipo puede combinarse con una balanza con interfaz al ordenador de control que transfiere de manera automática la cantidad de muestra para el cálculo de los resultados del análisis.

El sistema electrónico de control se encuentra en un módulo de detección según la configuración básica:

- en el módulo C/S, si está conectado un módulo C/S
- en el módulo Cl, si el analizador no está combinado con un módulo 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 se instala en un ordenador externo.

3.2 Equipo base

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

- Sistema de combustión
- Sistema de mangueras
- Componentes para la limpieza y secado del gas de medición
- Elementos de indicación y de manejo, conexiones

3.2.1 Sistema de combustión

El horno de combustión es un horno horizontal calentado por resistencia para temperaturas de digestión de hasta 1500 °C. Como reactor se utiliza un tubo de combustión. La alimentación del gas portador y de combustión se efectúa a través de una esclusa de gas abierta hacia el interior del tubo de combustión. Como el flujo del gas portador y de medición es superior al flujo de aspiración del gas de medición, mediante la sobrepresión que se produce en la entrada del tubo de combustión se evita que el gas de medición pueda escapar o que el aire del ambiente pueda penetrar al tubo de combustión.



Fig. 1 Esclusa de gas y horno horizontal del equipo base multi EA 4000

El tubo de combustión para la determinación de C/S está compuesto de una cerámica especial de altas temperaturas (HTC-High Temperatur Ceramic). Dicha cerámica es especialmente robusta, resistente a la corrosión y al desgaste. Gracias a la tecnología HTC es posible digerir muestras sin catalizadores a temperaturas hasta 1500 °C. Para matrices especialmente pesadas se puede aumentar la temperatura de combustión a 1800 °C con aditivos especiales (uso del efecto exotérmico).

Para la determinación de Cl se utiliza un tubo de combustión de cuarzo. Dicho tubo es especialmente inerte químicamente frente al HCl y evita resultados irrelevantes y efectos memoria en el análisis. La temperatura máxima del horno al utilizar el tubo de cuarzo es de 1000 °C.

El sistema de combustión está equipado con un controlador de temperatura que supervisa el calentamiento del horno, mantiene la temperatura en el valor nominal y evita el sobrecalentamiento.

3.2.2 Sistema de mangueras

Sistema de mangueras

La conexión entre los componentes individuales del equipo base entre sí y con los módulos de análisis se realiza a través de un sistema de mangueras. La información sobre el montaje del sistema de mangueras en las configuraciones de módulos correspondientes puede encontrarse en los planos del sistema de mangueras en la sección "Emplazamiento del analizador con diferentes módulos de detección" pág. 51.

Regulación de los flujos de gas

La regulación de los flujos de gas para el gas portador y el gas de combustión se lleva a cabo mediante reguladores de flujo ajustables manualmente en la parte frontal del equipo base.

Una bomba de aspiración integrada se encarga de que el flujo del gas de medición a través del detector sea estable. El flujo de aspiración necesario se ajusta mediante la válvula en el regulador de flujo "pump".

La bomba y los flujos de gas se conectan automáticamente cuando se ha iniciado el programa multiWin y la temperatura real del horno de combustión difiere en menos de 50 K de la temperatura nominal. Si la diferencia de la temperatura real es inferior a 50 K con respecto a la temperatura nominal, se produce la desconexión automática de la bomba y de los flujos de gas.

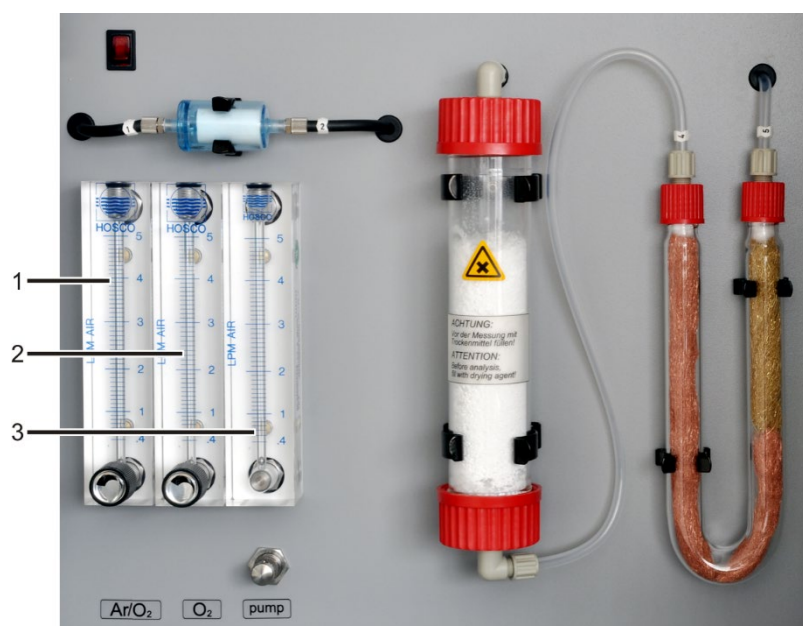


Fig. 2 Regulador de flujo en el equipo base multi EA 4000

- | | |
|--|---|
| 1 Regulador de flujo de argón/oxígeno "Ar/O ₂ " | 3 Regulador de flujo del flujo de aspiración "pump" |
| 2 Regulador de flujo de oxígeno "O ₂ " | |

3.2.3 Componentes para la limpieza y secado del gas de medición

Trampa de polvo para determinaciones de C/S

La trampa de polvo está colocada directamente en el tubo de combustión de cerámica. En ella sedimentan los polvos de la combustión. Las partículas de mayor tamaño en la corriente de gas chocan contra una placa colocada verticalmente con respecto al flujo de gas y caen hacia abajo.

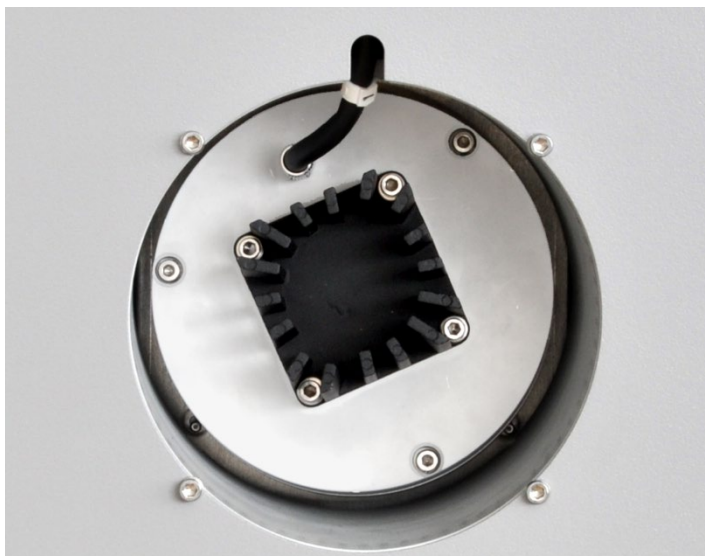


Fig. 3 Trampa de polvo en el horno de combustión

La trampa de polvo está colocada en la parte izquierda del equipo, detrás de la protección contra el contacto, y es fácil acceder a ella.

Filtro de polvo

Inmediatamente después de la trampa de polvo hay un filtro de polvo integrado en el conducto de gas. Dicho filtro retiene partículas de polvo que la trampa de polvo no ha podido eliminar del gas de medición.

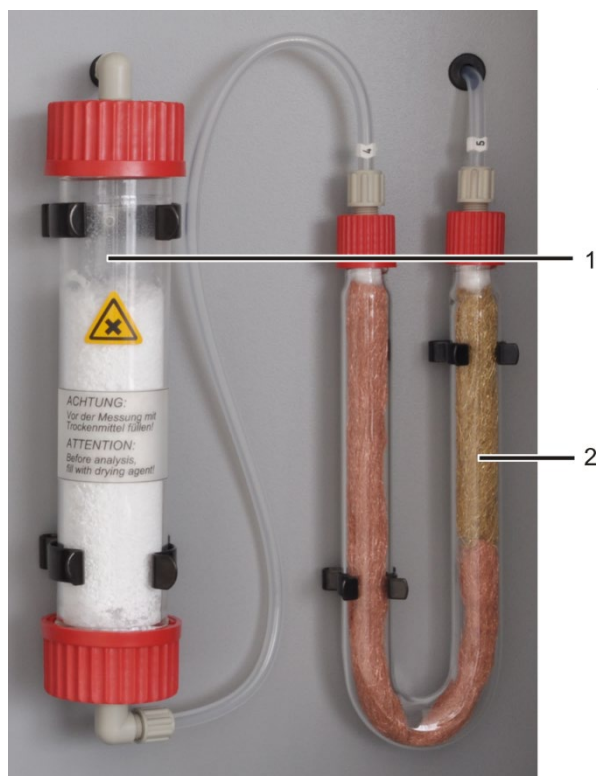


Fig. 4 Filtro de polvo

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

Para el secado del gas de medición en determinaciones de C/S se ha integrado en el conducto de gas el tubo de secado, relleno con perclorato de magnesio como agente secante.

Para una mayor distancia de los componentes que más interfieren del gas de medición y para proteger los detectores y el regulador de flujo, el equipo base está equipado con una trampa de halogenuro (tubo en U). El tubo en U está relleno con lana de cobre especial y lana de latón. El relleno de la trampa de halogenuro debe renovarse como máximo cuando las mitades de la lana de cobre o de latón hayan cambiado de color.



- 1 Tubo de secado con perclorato de magnesio
- 2 Trampa de halogenuro

Fig. 5 Tubo de secado y trampa de halogenuro

3.2.4 Elementos de indicación y de manejo, conexiones

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



Fig. 6 Luz de estado en el equipo base multi EA 4000

Detrás de las puertas frontales se encuentran el interruptor de encendido/apagado y el regulador de flujo para la regulación manual del flujo de gas.



Fig. 7 Elementos de manejo detrás de las puertas frontales del multi EA 4000

- | | |
|---|--|
| 1 Interruptor de encendido/apagado | 3 Regulador del flujo de oxígeno "O ₂ " |
| 2 Regulador del flujo de oxígeno o argón "Ar/O ₂ " | 4 Regulador del flujo de aspiración "pump" |

Conexiones en la parte derecha

En la parte derecha del multi EA 4000 se encuentran la abertura del horno de combustión con esclusa de gas y las mangueras de gas para oxígeno y argón. A través del canal (4 en Fig. 8) pueden introducirse las mangueras para el gas de medición y de by-pass hacia el módulo CI.



Fig. 8 Conexiones en el lado derecho del multi EA 4000

- | | |
|---|---|
| 1 Abertura del horno de combustión con esclusa de gas y panel de protección térmica | 3 Conexión "Ar" para conectar al tubo de combustión/esclusa de gas |
| 2 Conexión "O ₂ " para conectar al tubo de combustión/esclusa de gas/reactor TIC | 4 Canal para manguera de gas de medición y bypass para mediciones de CI |

Conexiones en la parte izquierda

En la parte izquierda, detrás de la protección contra el contacto, se encuentra la abertura para la trampa de polvo con la conexión para el gas de medición.



Parte izquierda con protección contra contacto



Trampa de polvo con conexión para gas de medición

Fig. 9 Conexiones en el lado izquierdo del multi EA 4000

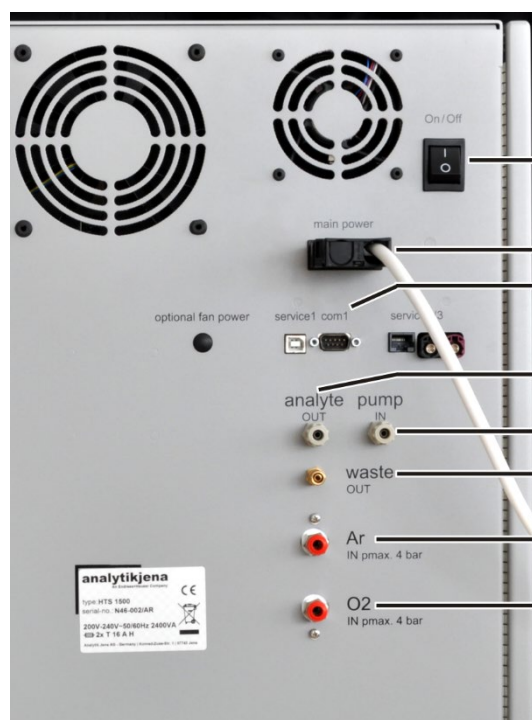
Conexiones en la parte trasera

En la parte trasera del multi EA 4000 se encuentran el interruptor principal, las entradas de gas para la alimentación de oxígeno y argón, los conectores para la conexión con el módulo C/S o CI, así como el cable de red.

Mediante el interruptor principal es posible desconectar por completo el multi EA 4000 de la red eléctrica, lo cual es importante al realizar trabajos de mantenimiento o reparaciones.

Si el interruptor principal está encendido, el analizador se encuentra en modo standby. Para el funcionamiento diario, el multi EA 4000 se enciende y apaga mediante el interruptor de encendido/apagado que se encuentra en la parte frontal (1 en Fig. 7). Así, por ejemplo, después de apagado el analizador es ventilado. El multi EA 4000 debe desconectarse de la red eléctrica mediante el interruptor principal solo en caso de pausas largas de varios días en las mediciones.

Tenga en cuenta Para el funcionamiento deben estar conectados ambos interruptores.



- 1 Interruptor principal
- 2 Cable de red
- 3 Conexión "com1" hacia el módulo C/S o el módulo CI
- 4 Conexión "analyte out" hacia el módulo C/S
- 5 Conexión "pump in" hacia el módulo C/S o el módulo CI
- 6 Conexión "waste out" – salida del gas de medición
- 7 Conexión de gas "Ar" para Argón en mediciones de Cl y pirólisis
- 8 Conexión de gas "O₂" para oxígeno

Las conexiones "service 1,2,3" están destinadas al servicio técnico. La conexión "optional fan power" no está ocupada.

Fig. 10 Conexiones en la parte trasera del multi EA 4000

3.3 Módulo C/S

Variantes del módulo C/S	<p>El módulo de detección C/S está disponible en tres variantes:</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ el módulo C/S con detectores de CO₂ y SO₂ para la determinación simultánea de carbono y azufre ■ el módulo C con detector de CO₂ para la determinación de carbono ■ el módulo S con detector de SO₂ para la determinación de azufre <p>En el módulo C/S se encuentra siempre la electrónica de control.</p>
Detectores	<p>Los detectores NDIR (detector de absorción de infrarrojos no dispersos) se encuentran detrás de la pared lateral derecha del analizador.</p> <p>Los gases con moléculas de átomos diferentes poseen en el rango de infrarrojos bandas de absorción específicas. Si se envía un haz de luz a través de una disposición de cubetas que contiene gases activos por infrarrojos, estos gases absorberán en las longitudes de onda características una parte de la radiación completa. Dicha parte es proporcional a su concentración en la mezcla de gas.</p> <p>En el módulo C/S se utilizan detectores selectivos para CO₂ y SO₂.</p>
Procesamiento de los valores de medición con el procedimiento VITA	<p>Las moléculas de CO₂/SO₂ se registran técnicamente tanto tiempo como permanezcan en la cubeta del detector NDIR. Debido a fluctuaciones en el flujo del gas de medición que surgen 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).</p> <p>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 NDIR. Las oscilaciones de corrientes que surjan se compensan por normalización controlada por ordenador de la señal NDIR hacia una corriente de gas constante y después se efectúa la integración.</p> <p>Para el registro del flujo del gas de medición se dispone de un regulador de flujo situado inmediatamente al lado del detector NDIR, según la mecánica de fluidos.</p>
Control del flujo de gas	<p>Un regulador de flujo controla el flujo de aspiración necesario; los valores se registran en el software. Se muestran las desviaciones con respecto al valor nominal permitido y el flujo de aspiración puede corregirse mediante la válvula del regulador de flujo "pump" del equipo base multi EA 4000 (3 en Fig. 7). Durante una medición los valores se utilizan para la corrección integral a través del método VITA.</p>
Conexiones	<p>El LED verde situado en la parte frontal del módulo C/S se enciende tras el encendido del módulo. En la parte trasera se encuentran el interruptor principal con entrada de red y portafusibles, las conexiones para conectar con el equipo base y los demás módulos adicionales, así como las entradas y salidas para los flujos de gas de medición.</p>

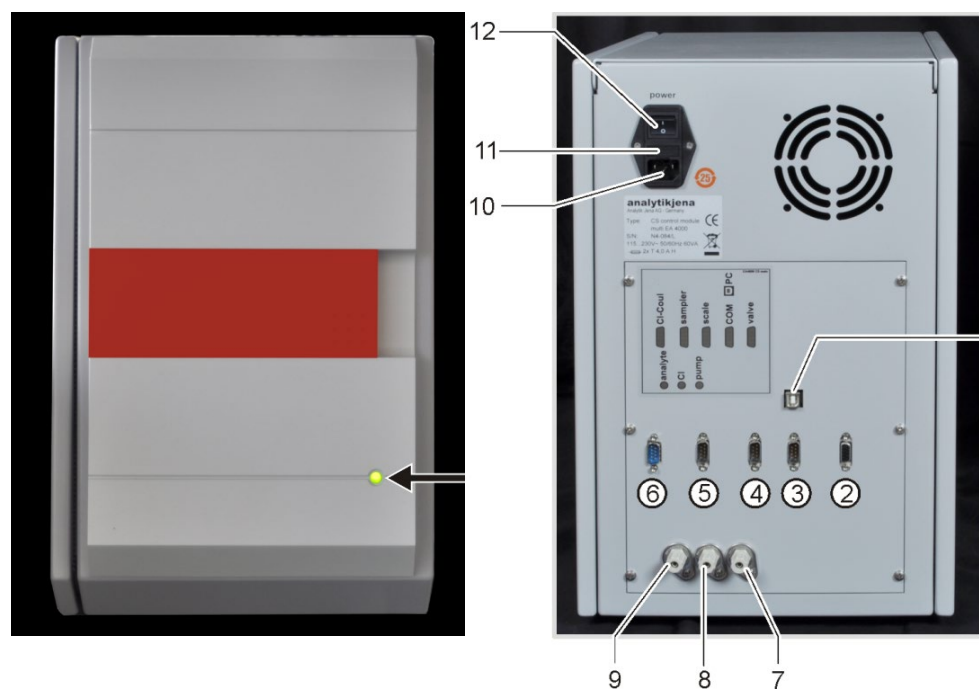


Fig. 11 Indicadores y conexiones en el módulo C/S

- | | | | |
|---|--|----|--|
| 1 | Conexión USB "PC" para conectar al ordenador | 6 | Cl-Coul – Conexión con el módulo Cl |
| 2 | Conexión "valve" – Para conectar con sensor de llama o módulo de materia sólida TIC automático (opcional) | 7 | Salida de gas "pump" – Conexión al EA 4000 |
| 3 | Conexión "COM" – Para conectar con módulo de combustión HTS1500 del multi EA 4000 o módulo de materia sólida TIC automático (opcional) | 8 | Conexión de gas "Cl" – Conexión al módulo Cl |
| 4 | Conexión "scale" – Conexión de la balanza | 9 | Entrada de gas "analyte" – Entrada del gas de medición |
| 5 | Conexión "sampler" – Para conectar el automuestreador FPG 48 | 10 | Conexión del enchufe de alimentación de red |
| | | 11 | Soporte de fusible |
| | | 12 | Interruptor principal |

3.4 Módulo Cl

El módulo Cl consta de los siguientes componentes principales:

- Culombímetro de largo alcance para amperometría
- Bloque de agitado/refrigeración para las células de medición
- Células de medición con electrodos
- Recipiente de ácido sulfúrico, en su caso, con salida separada y recipiente de seguridad
- Válvula de separación
- Recipiente tampón, como compensación de presión para compensar los impulsos de conmutación de la válvula de separación.
- Tubo de adsorción
- Trampa de halogenuro

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



- 1 Tubo de adsorción
- 2 Trampa de halogenuro
- 3 Célula de medición con electrodos
- 4 Bloque de agitación/refrigeración

Fig. 12 Módulo CI

3.4.1 Subgrupo de coulómetro y célula de medición

La célula de medición está disponible en 2 modelos:

Célula de medición	"sensitive" 40 ml	"high concentration" 150 ml
Volumen de electrolito	aprox. 20 ml	aprox. 120 ml
Rango de medición – Cl absoluto (sin separación del gas de medición)	1 – 100 μg	10 – 1000 μg
Rango de medición (con separación del gas de medición)	1 – 2 mg abs. Cloro total	10 μg – 20 mg abs. Cloro total
Método de agitación	Agitación magnética	Agitación magnética
Método de indicación	Biamperometría de corriente alterna	Biamperometría de corriente alterna
Método de generación	Disolución anódica de plata	Disolución anódica de plata
Corriente del generador	dinámica hasta 1 mA	dinámica hasta 10 mA
Regulación de la temperatura a temperatura de trabajo	18 – 20 °C	18 – 20 °C

Estructura de la célula de medición

La célula de medición está compuesta por el compartimento de electrodos, el cual recoge la solución de electrolito, y el bloque de agitación colocado en el módulo. En el fondo del compartimento de electrodos se encuentra el ánodo generador, en forma de una lámina de plata estable. El agitador magnético funciona por encima del ánodo.

La célula se cierra herméticamente con una tapa mediante tornillos moleteados. Las dos boquillas de paso de la tapa (orificios) sirven para el soporte del electrodo combinado y una oliva de aspiración. La abertura marcada está destinada al electrodo com-

binado amperométrico. La abertura no marcada se utiliza para la inyección directa en la célula de medición o para la conexión de la oliva de aspiración.

Con la activación del modo de cloro se pone en movimiento la varilla agitadora magnética en el recipiente de la célula de medición. La temperatura predefinida de la célula es de 20 °C y puede ser modificada como parámetro de método en el programa Multi-Win.

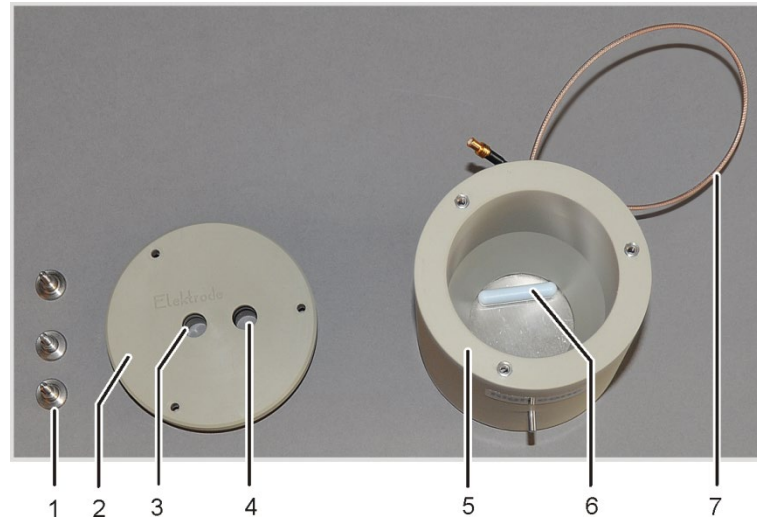
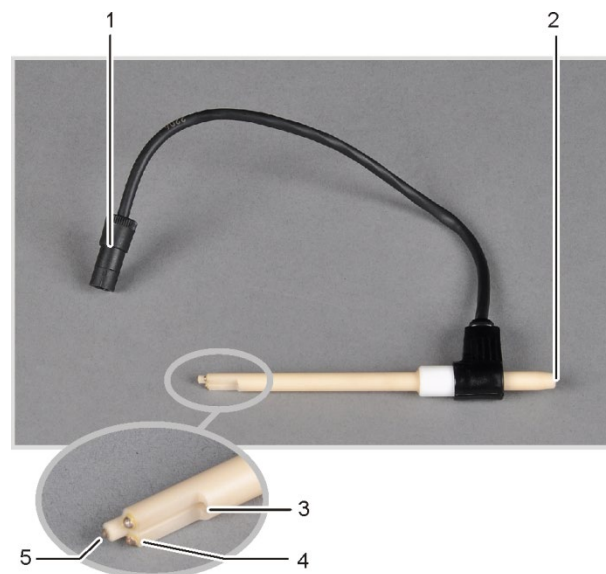


Fig. 13 Estructura de la célula de medición

- | | |
|---|---|
| 1 Tornillos moleteados | 5 Compartimento de electrodo con ánodo de plata |
| 2 Tapa | 6 Varilla agitadora magnética |
| 3 Abertura para electrodo (identificada) | 7 Conexión eléctrica de la célula de medición |
| 4 Abertura para oliva, para conectar a manguera de aspiración o inyección directa | |

Electrodo combinado

El electrodo combinado combina electrodos indicadores (Ag), cátodo generador (Pt) y alimentación de gas. El ánodo generador se encuentra en ambos cuerpos base de la célula de medición como discos de plata (ver arriba)



- | |
|--|
| 1 Clavija de conexión |
| 2 Conexión de la manguera de gas de medición |
| 3 Alimentación de gas en la célula de medición |
| 4 Electrodo indicadores (Ag) |
| 5 Cátodo generador (Pt) |

Fig. 14 Electrodo combinado para célula de medición

3.4.2 Tubo de combustión y secado del gas de medición

En la determinación de Cl se utiliza un tubo de cuarzo como tubo de combustión. La alimentación de oxígeno para la combustión se efectúa mediante un bypass en el tubo de cuarzo. El gas de medición es aspirado por las boquillas laterales del tubo de cuarzo y conducido al módulo Cl pasando por el secado. La manguera de gas provista de argón evita que el gas de medición escape de la entrada del tubo de combustión. El extremo del tubo de combustión está taponado con lana de cuarzo para evitar que entren polvos al sistema de mangueras del multi EA 4000.

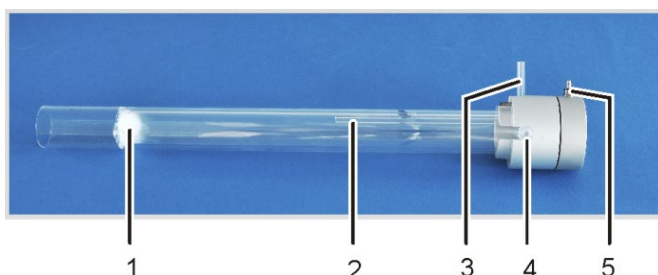
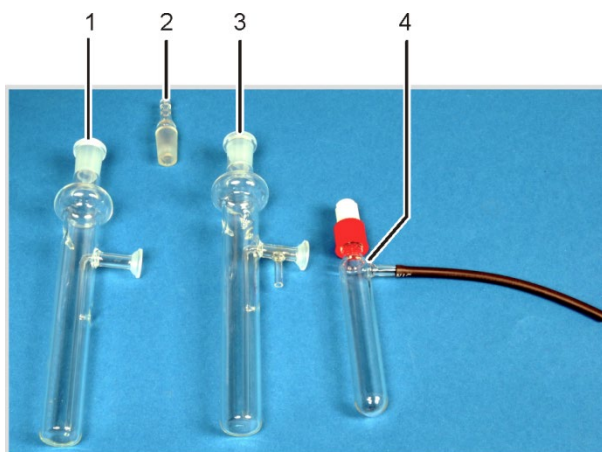


Fig. 15 Tubo de combustión de cuarzo con esclusa de gas

- | | |
|--|---|
| 1 Tapón de lana de cuarzo | 4 Salida del gas de medición con junta esmerilada |
| 2 Bypass para la alimentación de oxígeno | 5 Alimentación de argón en la esclusa de gas |
| 3 Boquilla de conexión para oxígeno | |

El ácido clorhídrico (HCl) posee una alta afinidad con el agua y se disuelve por ello en agua condensada. Dicho comportamiento produce resultados de baja calidad o efectos memoria en el análisis. Para evitar la condensación, el gas de medición debe ser secado inmediatamente después de que sale del tubo de combustión. Como agente secante se utiliza ácido sulfúrico concentrado. Se utilizan dos recipientes especiales de ácido sulfúrico, en función del método, con o sin separación del gas de medición.

Si se utiliza un recipiente de ácido sulfúrico con salida separada, se incorpora un recipiente de seguridad adicional en el conducto de gas. Dicho recipiente recoge el ácido sulfúrico que circunstancialmente es absorbido del recipiente de ácido sulfúrico.



- | |
|---|
| 1 Recipiente de ácido sulfúrico sin salida separada |
| 2 Oliva de vidrio |
| 3 Recipiente de ácido sulfúrico con salida separada |
| 4 Recipiente de seguridad |

Fig. 16 Recipientes de ácido sulfúrico para el secado del gas de medición

3.4.3 Depuración del gas de medición

- Trampa de halogenuro** En el funcionamiento con separación, la totalidad del gas de medición proveniente del tubo de combustión se divide en una proporción predeterminada. Para el análisis en la célula de medición llega solo una porción del gas de medición, de tal manera que también es posible determinar altas concentraciones de cloro. La porción del gas de medición desechada es conducida a través de la trampa de halogenuro en el módulo Cl para eliminar el HCl de la corriente de gas y proteger la válvula de separación y la bomba de aspiración de la corrosión.
- Tubo de adsorción** El gas aspirado de la célula de medición es conducido a través del tubo de adsorción. De esta manera son eliminados los vapores de ácidos acéticos que salen de los electrolitos. Como agente de adsorción se utiliza carbón activo.

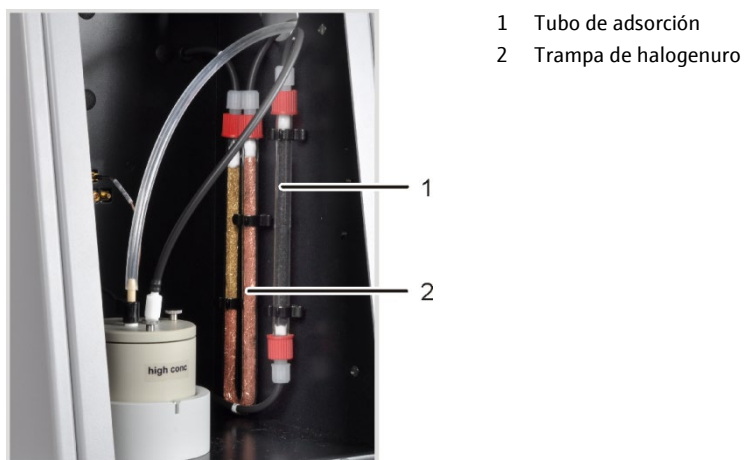


Fig. 17 trampa de halogenuro y tubo de adsorción en el módulo Cl

3.4.4 Conexiones

El LED verde situado en la parte frontal del módulo Cl se enciende tras el encendido del módulo.

Dependiendo de si el multi EA 4000 está equipado o no con el módulo C/S, en la parte posterior se encuentran las conexiones para conectar con el módulo C/S o el equipo base y el automuestreador.

Las mangueras para la alimentación de gas de medición y el bypass son conducidas al módulo de cloro a través del canal en el equipo base por la abertura en la pared derecha del dispositivo.

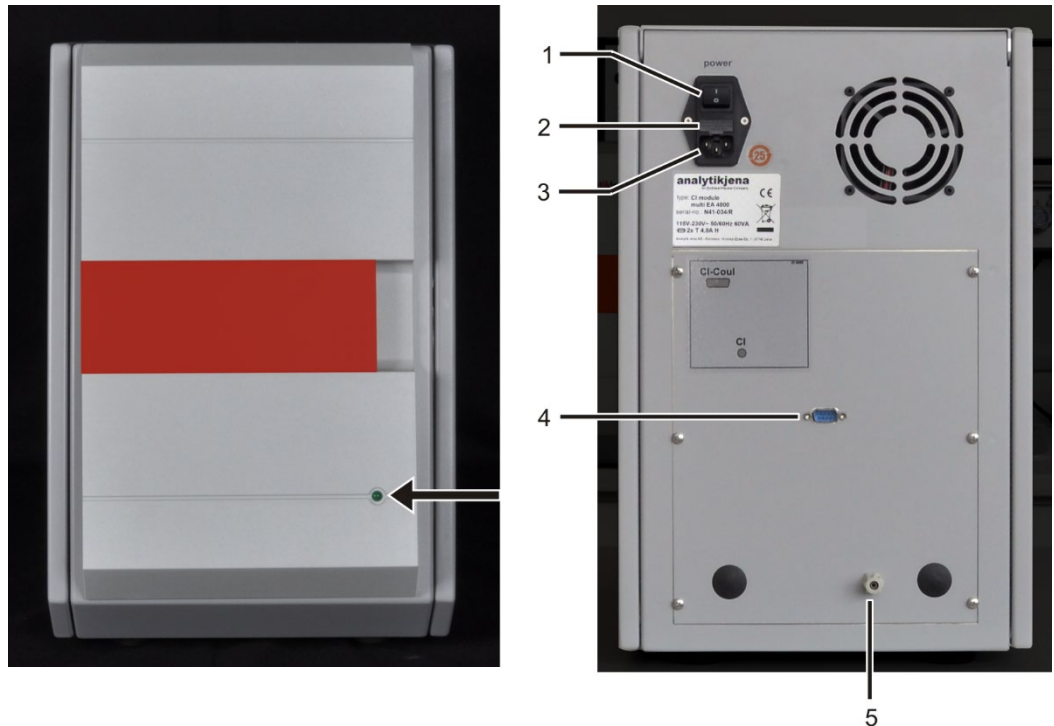


Fig. 18 Conexiones del módulo CI en combinación con un módulo C/S

- | | | | |
|---|---|---|---|
| 1 | Interruptor principal | 4 | Conexión "CI-Coul" – Conexión con el módulo C/S |
| 2 | Soporte de fusible | 5 | Conexión de gas "CI" – Conexión al módulo C/S |
| 3 | Conexión del enchufe de alimentación de red | | |

Si no se ha instalado un módulo C/S, el módulo CI dispone de otras interfaces en la parte trasera para la comunicación con el multi EA y el automuestreador. La ocupación de las interfaces se describe en la sección "Emplazar el multi EA 4000 CI" pág. 53.

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

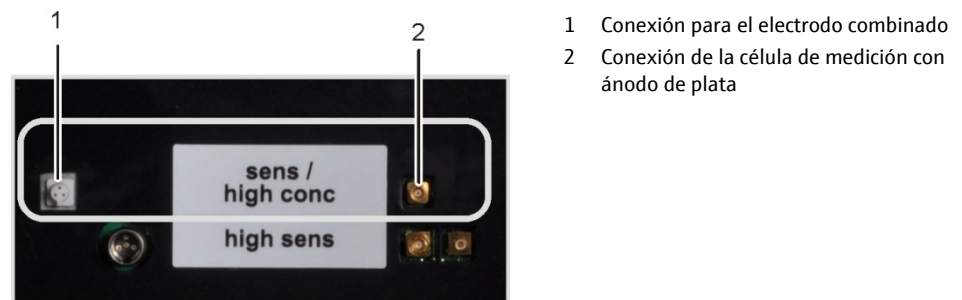


Fig. 19 Conexiones para la célula de medición coulombimétrica en el módulo CI

3.5 Módulo de materia sólida TIC automático

El módulo de materia sólida TIC automático complementa el multi EA 4000 para la determinación del TIC (TC, TOC) en sustancias sólidas. El dióxido de carbono generado mediante la acidificación y el purgado es traspasado al detector NDIR del multi EA 4000. Los siguientes modos de análisis son posibles:

- Determinación del TIC
- Determinación del TOC según el procedimiento diferencial
- Determinación del TOC según el procedimiento directo

El módulo de materia sólida TIC automático solo está diseñado para ser usado en modo automático en combinación con el multi EA 4000 C o el multi EA 4000 C/S y el automuestreador FPG 48.

El módulo de materia sólida TIC automático está formado por los siguientes componentes:

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

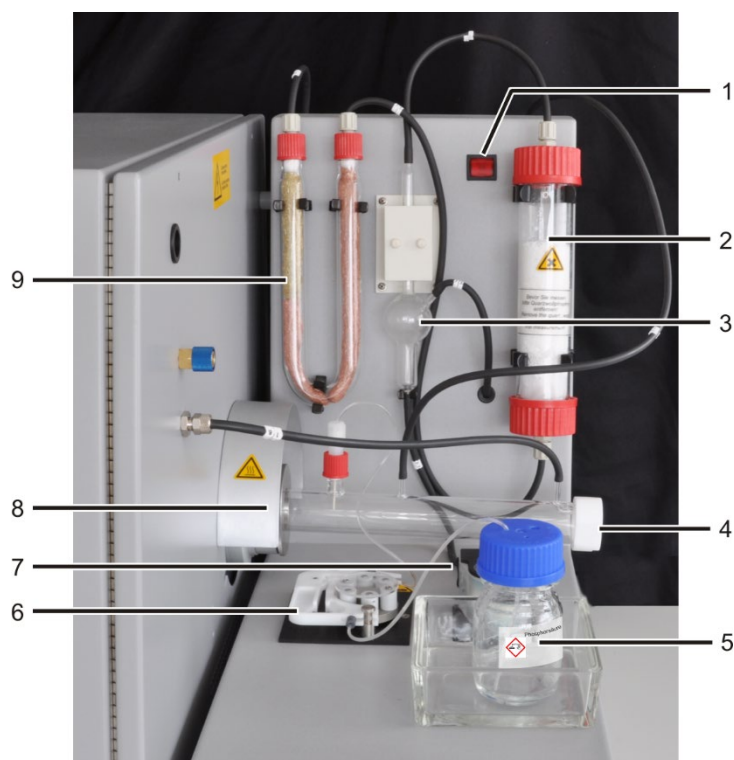


Fig. 20 Módulo de materia sólida TIC automático

- | | | | |
|---|------------------------------------|---|---|
| 1 | Interruptor principal | 6 | Bomba para el ácido fosfórico o ácido clorhídrico |
| 2 | Tubo de secado | 7 | Bomba de condensado |
| 3 | Recipiente de condensado | 8 | Conexión del reactor TIC al multi EA 4000 |
| 4 | Reactor TIC | 9 | Trampa de halogenuro |
| 5 | Recipiente para el ácido fosfórico | | |

3.5.1 Datos técnicos

Datos generales	
Denominación/Tipo	Módulo de materia sólida TIC automático
Medidas	300 x 470 x 550 mm Automuestreador: 520 x 500 x 700 mm
Peso	aprox. 5 kg
Datos de funcionamiento	
Procedimiento de medición	TIC
Detección	NDIR (vinculado con el procedimiento VITA)
Cantidad de muestra	hasta 3000 mg (TC) o 50 mg (TIC)
Parámetros eléctricos	
Conexión	100 – 240 V AC ($\pm 10\%$), 50 – 60 Hz
Fusibles	T 2 AH (¡utilice solo fusibles originales de Analytik Jena GmbH!)
Consumo de energía máximo	20 VA
Interfaz para el módulo C/S	RS 232

3.5.2 Montaje

Reactor TIC

El tubo de cuarzo se monta mediante un acoplamiento al tubo de combustión de cerámica. Un anillo grafilado con rosca sujeta el reactor TIC y hermetiza la junta mediante presión sobre los anillos obturadores colocados en el interior. En el reactor se encuentran las conexiones para la alimentación de ácido, la salida del gas de medición y la entrada de oxígeno. Mediante el suministro del oxígeno en la entrada del reactor se coloca una manguera de gas, la cual evita que escape gas de medición a través de la entrada abierta. Las navcillas de cerámica cargadas con muestras son conducidas al reactor mediante el automuestreador FPG 48 especialmente reequipado.

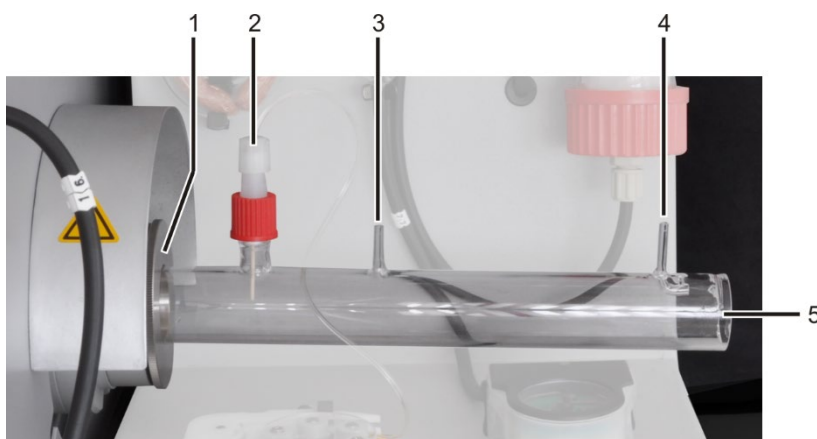


Fig. 21 Reactor TIC

- | | |
|---|---|
| 1 Soporte en el multi EA 4000 | 3 Salida del gas de medición |
| 2 Suministro de ácido a través de cánulas de cerámica | 4 Entrada para la alimentación de oxígeno |
| | 5 Módulo para navcillas de cerámica |

Sistema de mangueras

La conexión entre los componentes individuales se realiza por medio de las mangueras identificadas. Encontrará el plano del sistema de mangueras en la sección "Emplazamiento del módulo de materia sólida TIC automático" pág. 59.

Para el suministro de ácido fosfórico y la eliminación del condensado se utilizan bombas de manguera. La bomba de ácido fosfórico suministra ácido fosfórico del 40% al reactor TIC. La bomba de condensado bombea hacia afuera el condensado del secado del gas de medición de manera automática después de cada medición.

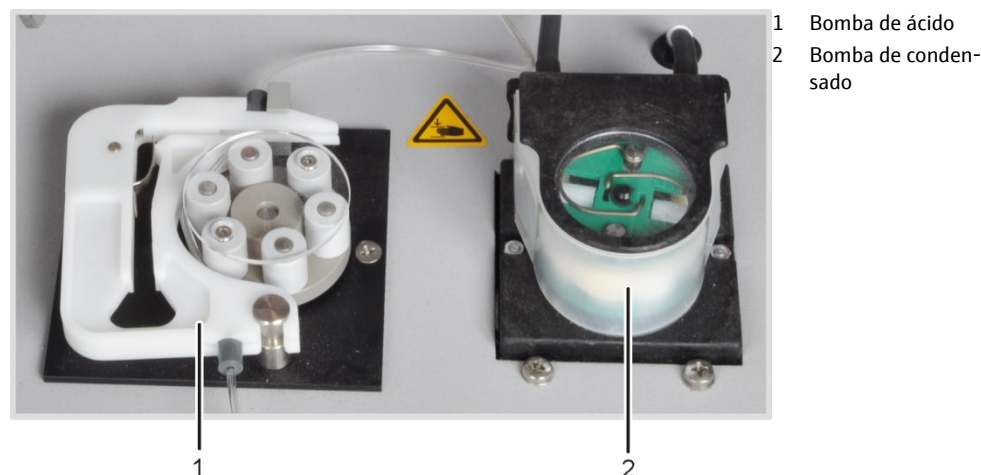


Fig. 22 Bomba de manguera en el módulo de materia sólida TIC automático

A medida que la navicilla de muestras es desplazada continuamente a través del automuestreador FPG 48 en dirección al multi EA 4000, se va añadiendo ácido fosfórico a la muestra de manera uniforme.

Componentes para la limpieza y el secado del gas de medición

El gas de medición liberado es conducido desde el reactor al serpentín de condensación que se encuentra sujeto a la parte trasera del módulo de materia sólida TIC automático. El gas de medición se refrigera rápidamente en el serpentín de condensación y condensa el vapor de agua. La mezcla de gas de medición y agua es conducida mediante una conexión de manguera al separador de gas/líquido, compuesto por un recipiente de condensado y un bloque de refrigeración Peltier.

El gas de medición es conducido al recipiente de condensado a través de una entrada lateral. El secado del gas de medición se realiza mediante congelación en el bloque de refrigeración. El gas de medición seco se conduce mediante la conexión superior desde el recipiente de condensado. La bomba de condensado bombea el condensado que desciende a través de la salida inferior automáticamente después de cada medición al recipiente de desechos.

Finalmente, el gas de medición es conducido a través del tubo de secado relleno con perclorato de magnesio. Después, el secado habrá concluido.

Para una mayor distancia de los componentes que más interfieren del gas de medición y para proteger los detectores y el regulador de flujo, en el módulo C/S está incorporada después del secado del gas de medición una trampa de halogenuro (tubo en U) en el conducto de gas. El tubo en U está relleno con una lana de cobre especial y lana de latón. El relleno de la trampa de halogenuro debe renovarse como máximo cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón haya cambiado de color.

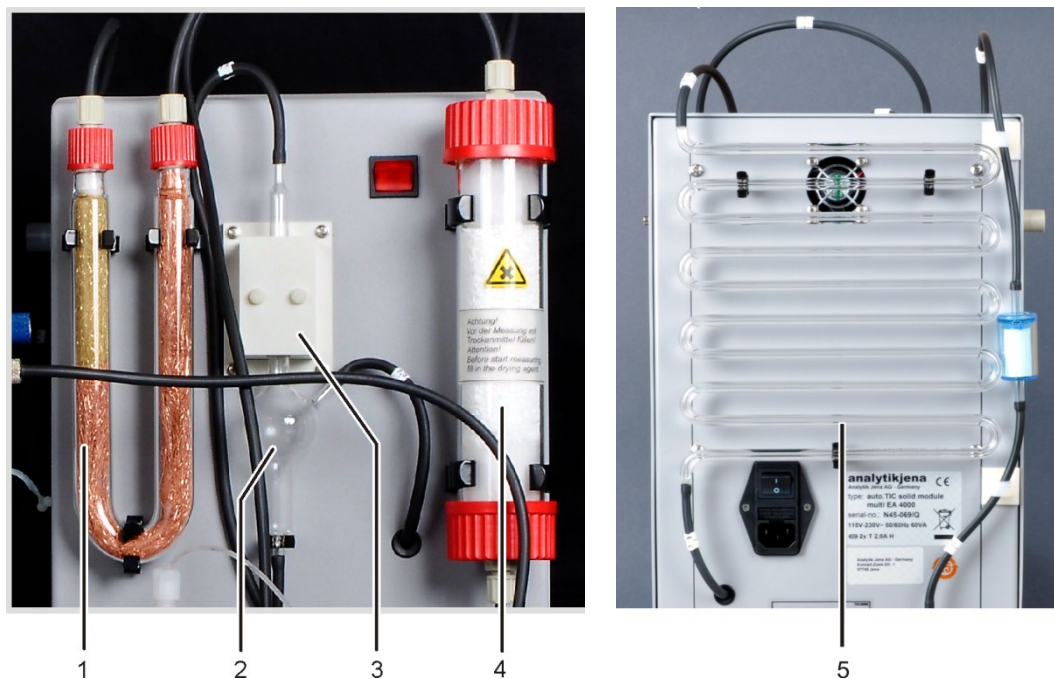


Fig. 23 Secado y limpieza del gas de medición

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

Un filtro de polvo está colocado entre la trampa de halogenuro (1 en Fig. 23) y la válvula inversora en la parte trasera del módulo de materia sólida TIC automático.



Fig. 24 Filtro de polvo antes de la válvula inversora

Conexiones

Las conexiones se encuentran en la parte posterior del módulo de materia sólida TIC automático.

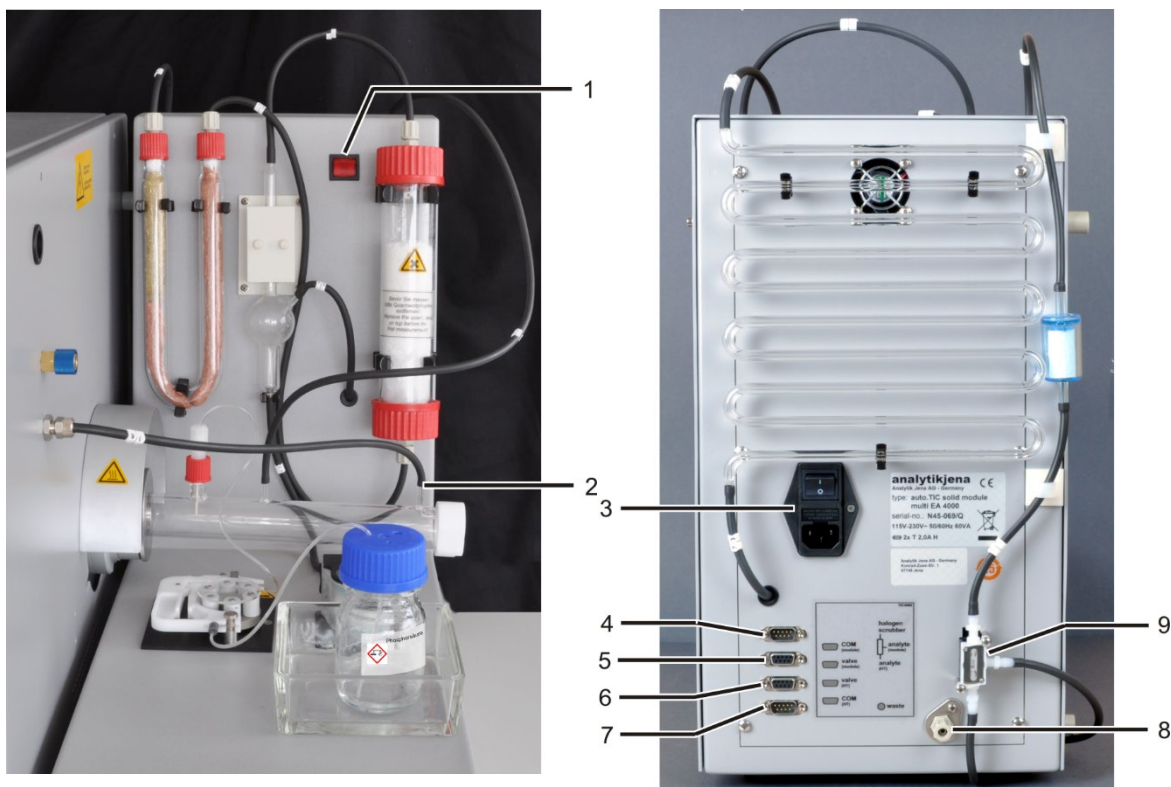


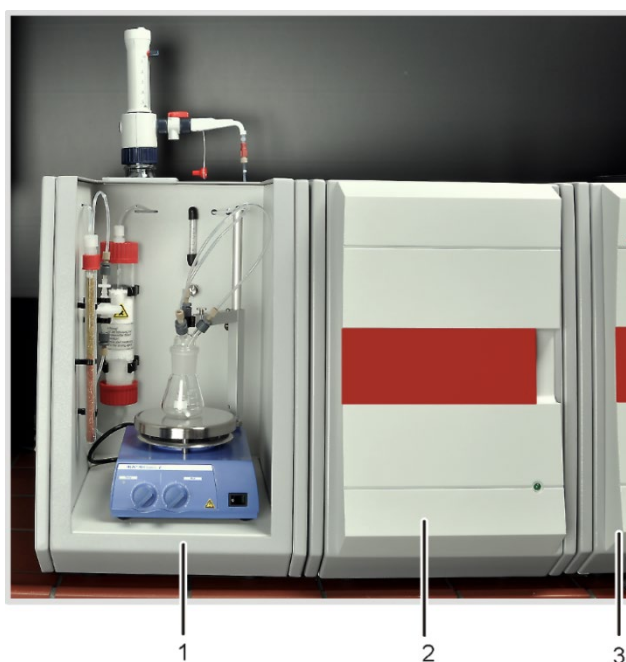
Fig. 25 Conexiones en el módulo de materia sólida TIC automático

- | | | | |
|---|--|---|--|
| 1 | Interruptor principal | 6 | La conexión "valve HT" se mantiene libre |
| 2 | Conexión de gas para oxígeno en el reactor TIC | 7 | Conexión "COM HT" para conectar al HTS1500 del multi EA 4000 |
| 3 | Módulo de entrada de red con interruptor principal y portafusibles | 8 | Conexión "waste" para la manguera de desechos para desviar el condensado |
| 4 | Conexión "COM module" para conectar al módulo C/S | 9 | Válvula inversora |
| 5 | Conexión "valve module" para conectar al módulo C/S | | |

El módulo de materia sólida TIC automático está equipado con dos interruptores principales. Como no es fácil acceder al interruptor situado en el módulo de entrada de red bajo el serpentín de condensado, se cuenta con un segundo interruptor en la parte frontal. Ambos interruptores deben estar activados durante el funcionamiento. Para desconectar el equipo es suficiente con accionar el interruptor en la parte frontal.

3.6 Módulo de materia sólida TIC manual

El módulo de materia sólida TIC manual permite la determinación de TIC en materiales sólidos en combinación con el multi EA 4000 C o el multi EA 4000 C/S. La acidificación de las muestras y la expulsión del TIC se realiza a temperaturas elevadas. El gas de medición es propulsado junto con el gas portador hacia el detector del módulo C/S. El módulo de materia sólida TIC manual está diseñado solo para la alimentación manual de muestras. No es posible la automatización mediante un automuestreador.



- 1 Módulo de materia sólida TIC manual
- 2 Módulo C/S
- 3 Equipo base multi EA 4000

Fig. 26 Módulo de materia sólida TIC manual

3.6.1 Datos técnicos

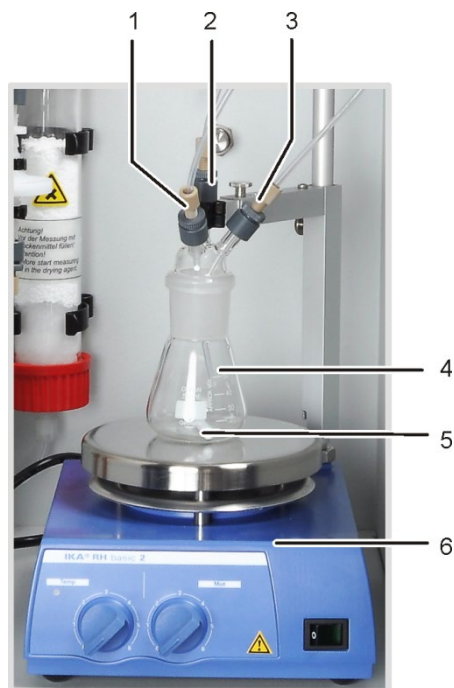
Datos generales	
Denominación/Tipo	Módulo de materia sólida TIC manual
Medidas	300 x 750 x 550 mm
Peso	aprox. 10 kg
Datos de funcionamiento	
Procedimiento de medición	TIC
Detección	NDIR (vinculado con el procedimiento VITA)
Cantidad de muestra	hasta 3000 mg
Suministro de gas	Oxígeno mín. 2,5 200 – 400 kPa (29 – 58 psi)
Parámetros eléctricos	
Conexión	220-240 V AC ($\pm 10\%$), 50/60 Hz (100 V AC / 115 V AC a solicitud)
Fusibles	T 10 A H (¡utilice solo fusibles originales de Analytik Jena GmbH!)
Consumo de energía máximo	415 VA

3.6.2 Estructura del módulo de materia sólida TIC manual

Cámara de reacción de TIC

Como reactor se utiliza un matraz de Erlenmeyer de 50 ml en el cual se coloca un cabezal TIC con tres conexiones para el suministro del ácido fosfórico, el oxígeno como gas portador y la salida del gas de medición.

Un agitador magnético con superficie de trabajo calentada proporciona una buena mezcla de la muestra con el ácido agregado y la calienta un poco para acelerar la reacción.



- 1 Suministro de ácido fosfórico (manguera n.º 6)
- 2 Salida del gas de medición
- 3 Suministro de gas portador (oxígeno)
- 4 Matraz de Erlenmeyer
- 5 Varillas de agitación magnéticas
- 6 Agitador magnético con superficie de trabajo calentada

Fig. 27 Reactor de TIC del módulo de materia sólida TIC manual

Ajuste del flujo del gas portante

El ajuste del flujo de gas portante se realiza a través de la válvula de aguja "O₂" con frasco graduado en la pared intermedia del módulo de materia sólida TIC manual.

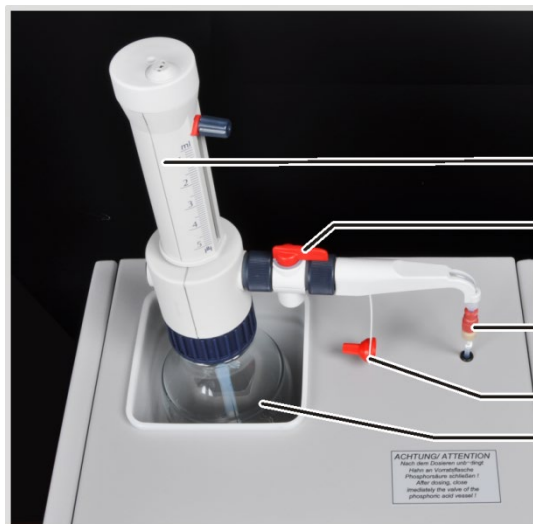


- 1 Frasco graduado
- 2 Válvula de aguja

Fig. 28 Regulador de flujo para el flujo de oxígeno

Suministro de ácido

El ácido es dosificado manualmente con la bomba dosificadora. La manguera para el suministro de ácido al reactor está conectada con una válvula a la bomba dosificadora. La válvula en el grifo de la bomba dosificadora debe cerrarse después del suministro de ácido al reactor. Con ello se evita que el ácido sea aspirado accidentalmente hacia el analizador.



- 1 Bomba dosificadora con graduación
- 2 Válvula de descarga
- 3 Válvula para la conexión de la manguera de dosificación
- 4 Tapa de cierre
- 5 Recipiente de ácido fosfórico

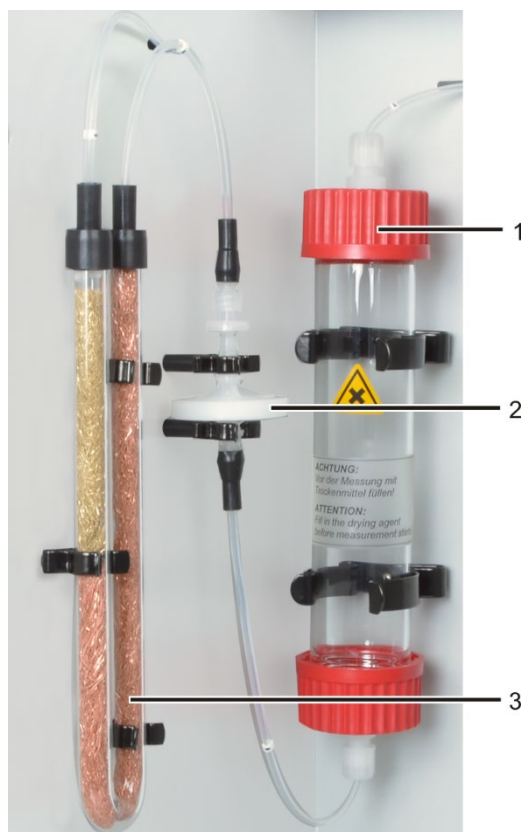
Fig. 29 Bomba dosificadora para ácido

Secado y limpieza del gas de medición

Inmediatamente después del reactor en el conducto de gas está incorporado el tubo de secado, relleno con perclorato de magnesio como agente 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, la trampa de agua pequeña (filtro de retención de un solo uso) retiene el agua ascendiente.

Para una mayor distancia de los componentes que más interfieren del gas de medición y para proteger los detectores y el regulador de flujo, en el módulo C/S se utiliza una trampa de halógeno. El tubo en U de la trampa de halógeno está relleno con una lana de cobre especial y lana de latón. El relleno de la trampa de halógeno debe renovarse como máximo cuando las mitades de la lana de cobre o de latón hayan cambiado de color.



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

Fig. 30 Secado y limpieza del gas de medición

Conexiones



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

Fig. 31 Conexiones en el módulo de materia sólida TIC manual

3.7 Otros accesorios opcionales

3.7.1 Automuestreador

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

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

Automuestreador FPG 48 El automuestreador FPG 48 tiene espacio para 48 navcillas de muestras. Las navcillas son recogidas de las bandejas automáticamente y transportadas a los hornos de combustión. El avance para el transporte se produce controlado por ordenador. Dependiendo del equipamiento, las navcillas vuelven a ser colocadas en el automuestreador después de la medición o desechadas en un contenedor de desechos después del enfriamiento.

En los análisis en tubo de combustión de cuarzo (mediciones de Cl), el FPG 48 puede combinarse con un sensor de llama.

Avance manual

El avance manual es un dispositivo robusto que permite introducir en el horno de combustión los ganchos de cerámica con navcillas de muestras alineados de forma recta. En la alimentación de muestras manual debe tenerse en cuenta que cuando se trate de muestras muy reactivas, la introducción en el tubo de combustión debe realizarse lentamente y de manera controlada.

3.7.2 Sensor de llama

Para la determinaciones de Cl puede combinarse opcionalmente un sensor de llama con el automuestreador FPG 48. Mediante el sensor de llama se registra de manera óptica la combustión de muestras muy reactivas en el tubo de combustión y el avance de la navcilla es controlado en función de la claridad de la llama. Las características de combustión optimizadas de esta manera arrojan resultados de medición precisos.

3.7.3 Balanza

Para la toma automática de cantidades para el cálculo de los resultados del análisis puede conectarse una balanza. Las muestras se pesan siguiendo las instrucciones en el programa. Las masas determinadas son importadas automáticamente en las tablas de muestras.

4 Procedimiento de medición

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

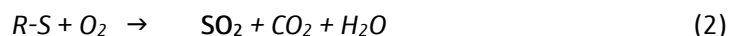
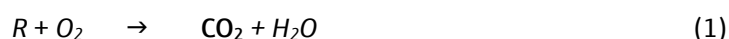
- TS – azufre total (Total Sulfur)
- TC – carbono total (Total Carbon)
- TCl – cloro total (Total Chlorine)
- TOC – carbono orgánico total (Total Organic Carbon)
- TIC – carbono inorgánico total (Total Inorganic Carbon)
- EC – carbono elemental (Elemental Carbon)
- TC-EC – Determinación de carbono por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

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

4.1 Análisis de TC/TS

El multi EA 4000 con módulo C/S es un sistema especial para la determinación simultánea o individual del carbono total y del azufre total en muestras sólidas y pastosas mediante la oxidación a altas temperaturas en una corriente de oxígeno.

Una alícuota de la muestra se pesa con precisión en una navecilla de combustión y es transportada íntegramente en la zona caliente del horno. Allí tiene lugar la descomposición y la oxidación de la muestra en corriente de oxígeno a alta temperatura.



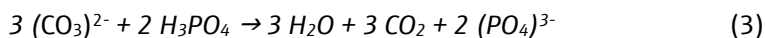
R sustancia que contiene carbono

El gas de medición resultante es secado y los halogenuros presentes son eliminados. El contenido de CO₂/SO₂ en el gas portador es analizado con detectores NDIR selectivos para CO₂ y SO₂.

4.2 Análisis de TIC

En el análisis de TIC se registra el carbono inorgánico total de carbonatos e hidrocarbonatos en muestras sólidas o pulverulentas. El cianuro, cianato, isocianato y las partículas de carbono no se registran.

Para la determinación del carbono inorgánico (TIC) se añade ácido a una alícuota de la muestra. De esta manera se descomponen los carbonatos/hidrocarbonatos contenidos en ella. El CO₂ se purga y se detecta. No se produce la oxidación térmica.



La digestión de la muestra se realiza en un módulo de materia sólida TIC. El gas de medición es detectado en el módulo C/S.

4.3 Análisis de TOC

En el análisis de TOC se registra el carbono orgánico total contenido en la muestra. En el multi EA 4000, el contenido de TOC puede determinarse por dos vías:

- Método diferencial
- Método directo

El método diferencial debe aplicarse si la muestra contiene sustancias orgánicas fácilmente purgables como benceno, ciclohexano, cloroformo, etc. Si el contenido de TIC de la muestra es muy superior al contenido de TOC no debería utilizarse el método diferencial.



TENGA EN CUENTA

Para el análisis de TOC con el módulo de materia sólida TIC automático debe utilizarse con preferencia el método diferencial. De esta manera el tubo de combustión y los detectores no son cargados con ácido.

4.3.1 Método diferencial para el análisis de TOC

El método diferencial puede aplicarse utilizando el módulo de materia sólida TIC automático. La muestra se pesa en dos navecillas. Secuencialmente se determinan 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

4.3.2 Método directo para el análisis de TOC

Con el módulo de materia sólida TIC automático también es posible la determinación directa del TIC y del TOC. Después de la purga del TIC en el reactor de TIC con ácido clorhídrico y la determinación del contenido de TIC, la navicilla de muestras es trasladada al tubo de combustión. Al igual que en el análisis de TC/TS, tiene lugar la descomposición y la oxidación de la muestra en corriente de oxígeno a alta temperatura.

Para la determinación del TOC con el módulo de materia sólida TIC automático, debe añadirse ácido clorhídrico a la prueba. Por esta razón se prefiere el método diferencial para el análisis de TOC.

Para la determinación del TOC sin la utilización del módulo de materia sólida TIC automático, se agrega ácido clorhídrico a la muestra sólida en la navicilla de combustión para eliminar el carbono inorgánico enlazado. El CO₂ producido por la reacción a partir de los carbonatos se evapora. La muestra húmeda a la que se le ha agregado ácido se seca en el compartimento de secado a < 40 °C durante al menos 3 horas, con lo cual se evapora el exceso de ácido clorhídrico. Seguidamente se puede analizar la muestra preparada de esta manera en el multi EA 4000 para determinar carbono orgánico enlazado, tal como en el análisis de TC/TS.

Como el ácido solo libera CO₂ de carbonatos e hidrocarbonatos, el carbono elemental o el carbono de carburos, cianuros, cianatos, isocianatos y tiocianatos es detectado como TOC.

4.4 Determinación de carbono por pirólisis: TC-EC (opcional)

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

La muestra original es pesada en dos navicillas –navicilla 1 y navicilla 2–.

1. La muestra en la **navicilla 1** es pirolizada primero en una corriente de argón. Allí se liberan los componentes de los compuestos de carbono existentes que son volátiles a la temperatura preseleccionada. En el caso ideal, y/o después del correspondiente tratamiento previo, el carbono elemental (EC) permanece en la navicilla.
2. La porción del carbono (EC) restante en la muestra pirolizada se determina mediante la combustión en una corriente de oxígeno.
3. La muestra en la **navicilla 2** es utilizada para la determinación del contenido total de carbono (TC) en una corriente de oxígeno.
4. De la diferencia entre los dos valores de medición (TC y EC) obtenidos puede deducirse la cantidad de carbono degradable o activo.

4.5 Evaluación de datos en el modo C/S

4.5.1 Métodos 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 obtiene según 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	Contenido teórico de la solución patrón
m	Masa de la muestra
I_{Netto}	Integral neta
k_0, k_1, k_2	Coefficientes de calibración

El tipo de regresión (lineal o cuadrática) se puede configurar 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 de proceder según diferentes estrategias de calibración de acuerdo con el planteamiento analítico, dependiendo del rango de medición y la matriz de la muestra. Con el multi EA 4000 se realizan calibraciones multipunto con cantidad de muestra variable y concentraciones constantes.

4.5.2 Factor diario

Mediante el factor diario es posible comprobar y corregir la calibración con ayuda de un estándar. Todos los siguientes resultados de la medición se multiplican por este factor. El factor diario se calcula según la ecuación (7):

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

4.5.3 Características del proceso

Desviación estándar residual	La desviación estándar residual significa la dispersión 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.
Coefficiente 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.
Coefficiente de correlación	El coeficiente de correlación compara la dispersión de los puntos de medición de la calibración de la función de regresión con la dispersión general de la calibración. Si todos los puntos de medición de la calibración están 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.

4.5.4 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.

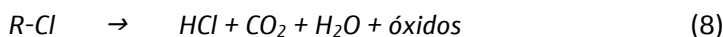
En mediciones del TOC con el módulo de materia sólida TIC automático en el método diferencial o la determinación de carbono por pirólisis (TC-EC) se realiza una determinación única.

Promedio	El promedio del resultado final se calcula de las concentraciones indicadas para las determinaciones únicas.
Blanco de navecilla	<p>El blanco de navecilla se determina introduciendo una navecilla vacía y/o una navecilla con aditivos para la muestra en el horno de combustión y analizándola.</p> <p>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.</p>

4.6 Determinación de Cl

Las muestras a analizar son introducidas en el compartimento de combustión en una navicilla de vidrio de cuarzo a través de una esclusa de gas abierta. La muestra es pirolizada primero en una corriente de gas inerte (argón). Los productos pirolizados resultantes son quemados por completo poco después en una corriente de oxígeno.

La reacción se produce según la siguiente ecuación:



La porción de HCl es determinada de manera coulombimétrica después del secado del gas de medición. Allí, los iones de cloro reaccionan por completo con los iones de plata generados electrolíticamente transformándose en cloruro de plata.



A partir de la cantidad de carga consumida para la generación de los iones de plata es posible calcular la cantidad de cloruro siguiendo la Ley de Faraday.

4.7 Evaluación de datos en el modo Cl

4.7.1 Rutina de punto final

Tras el llenado de la célula de medición o después de cada cambio de la solución de electrolito debe ejecutarse una rutina de punto final, en la cual se determina el punto de trabajo del sistema. El valor de indicación obtenido representa tanto el punto de partida como el punto final de la titulación. La rutina de punto final es iniciada por medio del software multiWin.

4.7.2 Medición con separación / factor de separación

En el funcionamiento con separación, el gas de medición proveniente del tubo de combustión se divide en una proporción predeterminada. Para el análisis solo una parte del gas de reacción llega a la célula de medición, de tal manera que también es posible determinar concentraciones altas.

Para contenidos de Cl en el rango de concentración inferior se trabaja sin separación de gas. El gas de medición pasa por completo por la unidad de secado y la célula de medición.

Para el trabajo con separación de gas pueden seleccionarse proporciones del 10 % y el 20 % del gas de medición. El factor de separación actual de un método puede indicarse/observarse en la ventana de método en la tarjeta CALIBRATION como DAILY FACTOR (punto del menú METHOD ► METHOD – EDIT).

Para la creación de un nuevo método con separación, el factor de separación debe ser tomado de un método existente con la misma proporción de separación mediante la introducción manual.

La comprobación y la eventual corrección del factor de separación actual se realiza mediante estándares.

4.7.3 Evaluación

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

5 Puesta en marcha

5.1 Requisitos generales

5.1.1 Condiciones de colocación

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

- Rango de temperaturas: +10 °C hasta +35 °C
- Humedad del aire (máx.): 90 % a 30 °C
- Presión atmosférica: 70 kPa hasta 106 kPa

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 vibraciones 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 la climatización de la sala, de ser necesario.
- No bloquear el acceso a las puertas frontales, las paredes laterales y 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.

5.1.2 Espacio necesario

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

5.1.3 Alimentación eléctrica



ADVERTENCIA

El analizador multi EA 4000 solo 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.

Para utilizar el equipo base con el módulo de horno (HTS1500) en áreas con tensiones de red de 100 V/115 V/120 V/127 V es posible la conexión a 2 fases mediante un accesorio opcional. Si lo considera necesario, póngase en contacto con Analytik Jena GmbH. Dicha instalación solo debe ser realizada por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH o por personal cualificado y autorizado por Analytik Jena GmbH.

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.

5.1.4 Suministro de gas

La entidad explotadora es responsable de que el suministro 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.

Antes de la puesta en marcha, cierre los reguladores de flujo de argón/oxígeno "Ar/O₂" y de oxígeno "O₂" girándolos en el sentido de las agujas del reloj (1, 2 en Fig. 2 pág. 20). Ajuste los flujos de gas más tarde según el método utilizado.

5.2 Desembalaje y colocación del analizador



ADVERTENCIA

El analizador multi EA 4000 solo se debe ser emplazado, montado e instalado por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH o por personal cualificado y autorizado por Analytik Jena GmbH.

Un uso no autorizado del analizador puede producir daños al usuario o en la funcionalidad del equipo y limitar los derechos de garantía o incluso excluirlos.



TENGA EN CUENTA

¡Conserve el embalaje de transporte! Para un nuevo transporte en caso de mantenimiento es necesario utilizar el embalaje original. Solo 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 GmbH o por personal cualificado autorizado.

Al recibir el dispositivo, compruebe que no falte ningún componente y que todos los componentes estén en perfecto estado según lo especificado en el albarán adjunto.

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

5.3 Emplazamiento del analizador con diferentes módulos de detección



TENGA EN CUENTA

El multi EA 4000 debe ser apagado siempre antes de ser emplazado.

Al colocar o extraer los contactos eléctricos es posible dañar el sistema electrónico sensible del multi EA 4000 y de los módulos de detección.

5.3.1 Emplazar el multi EA 4000

Conexiones

Para la combinación del multi EA 4000 con el módulo C/S deben establecerse los siguientes conectores y conexiones:

Conexiones multi EA 4000	Objetivo
"analyte out"	⇒ Módulo C/S "analyte"
"O ₂ "	⇒ conexión de gas para oxígeno
Cable de red	⇒ Alimentación eléctrica
"com1"	⇒ Módulo C/S "COM"
"pump-in"	⇒ Módulo C/S "pump"
"Ar"	⇒ Conexión de gas para el argón (solo es necesaria para la medición de Cl y la determinación de carbono por pirólisis)
"waste out"	⇒ salida abierta para aire saliente del analizador
otras conexiones del módulo C/S	Objetivo
"PC"	⇒ Puerto USB para la conexión con el ordenador
"scale"	⇒ balanza externa (opcional)
"sampler"	⇒ Conexión del automuestreador FPG 48
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒ Alimentación eléctrica

El siguiente plano del sistema de mangueras (Fig. 32) se aplica también para la determinación de carbono por pirólisis disponible opcionalmente. Para la medición por pirólisis, fije adicionalmente un tubo de aspiración directamente junto a la entrada del horno.

Plano del sistema de mangueras

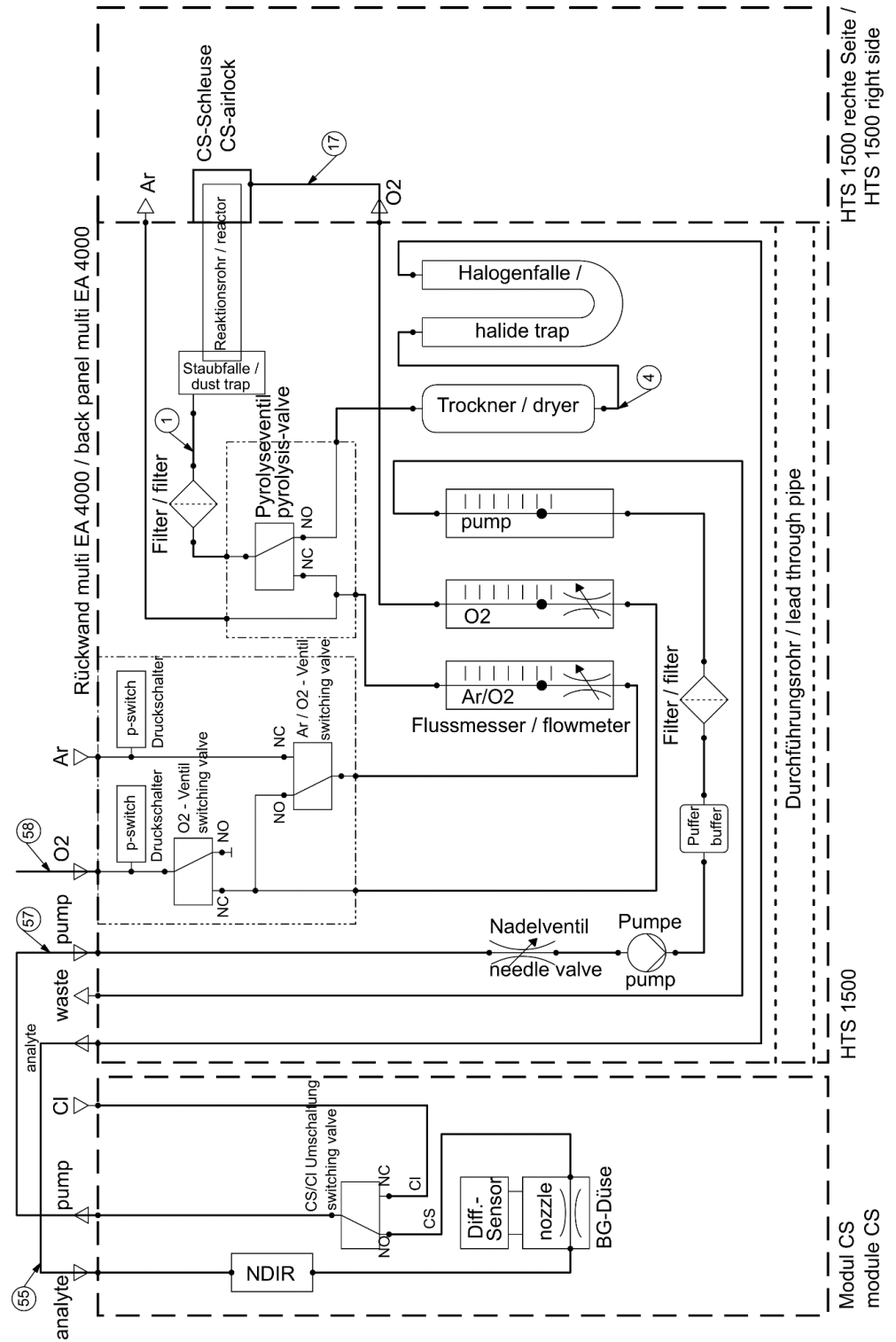


Fig. 32 multi EA 4000 C/S

5.3.2 Emplazar el multi EA 4000 CI

Conexiones

Conexiones multi EA 4000		Objetivo
"analyte out"	⇒	salida abierta
"O ₂ "	⇒	Conexión de gas para oxígeno
"Ar"	⇒	Conexión de gas para argón
Cable de red	⇒	Alimentación eléctrica
"com1"	⇒	Módulo CI "COM"
"pump-in"	⇒	Módulo CI "pump"
"waste out"	⇒	salida abierta para aire saliente del analizador
otras conexiones del módulo CI		Objetivo
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica
"sampler"	⇒	Conexión del automuestreador FPG 48
"PC"	⇒	Puerto USB para la conexión con el ordenador
"scale"	⇒	balanza externa (opcional)

Plano del sistema de mangueras

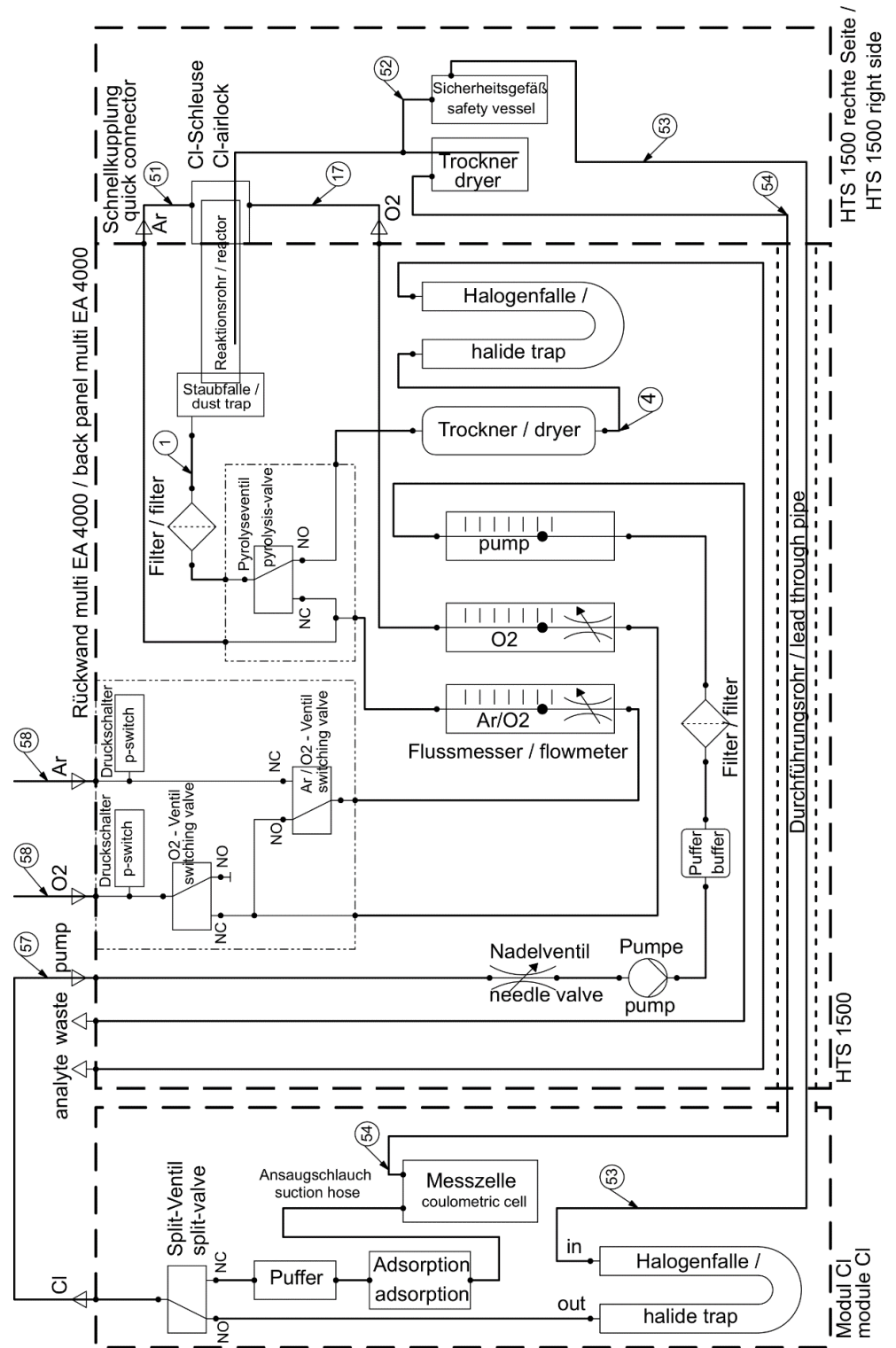


Fig. 33 multi EA 4000 CI

5.3.3 Emplazar el multi EA 4000 CI

Conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo C/S – módulo CI deben establecerse los siguientes conectores y conexiones:

Conexiones multi EA 4000		Objetivo
"analyte out"	⇒	Módulo C/S "analyte"
"O ₂ "	⇒	conexión de gas para oxígeno
Cable de red	⇒	Alimentación eléctrica
"com1"	⇒	Módulo C/S "COM"
"pump-in"	⇒	Módulo C/S "pump"
"Ar"	⇒	Conexión de gas para el argón (solo es necesaria para la medición de CI y pirólisis)
"waste out"	⇒	salida abierta para aire saliente del analizador
otras conexiones del módulo C/S		Objetivo
"PC"	⇒	Puerto USB para la conexión con el ordenador
"CI-Coul"	⇒	Módulo CI "CI-Coul"
"scale"	⇒	balanza externa (opcional)
"sampler"	⇒	Conexión del automuestreador FPG 48
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica
otras conexiones del módulo CI		Objetivo
"CI"	⇒	Módulo C/S "CI"
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica

El siguiente plano del sistema de mangueras (Fig. 34) se aplica también para la determinación de carbono por pirólisis disponible opcionalmente. Para la medición por pirólisis, fije adicionalmente un tubo de aspiración directamente junto a la entrada del horno.

Planos del sistema de mangueras

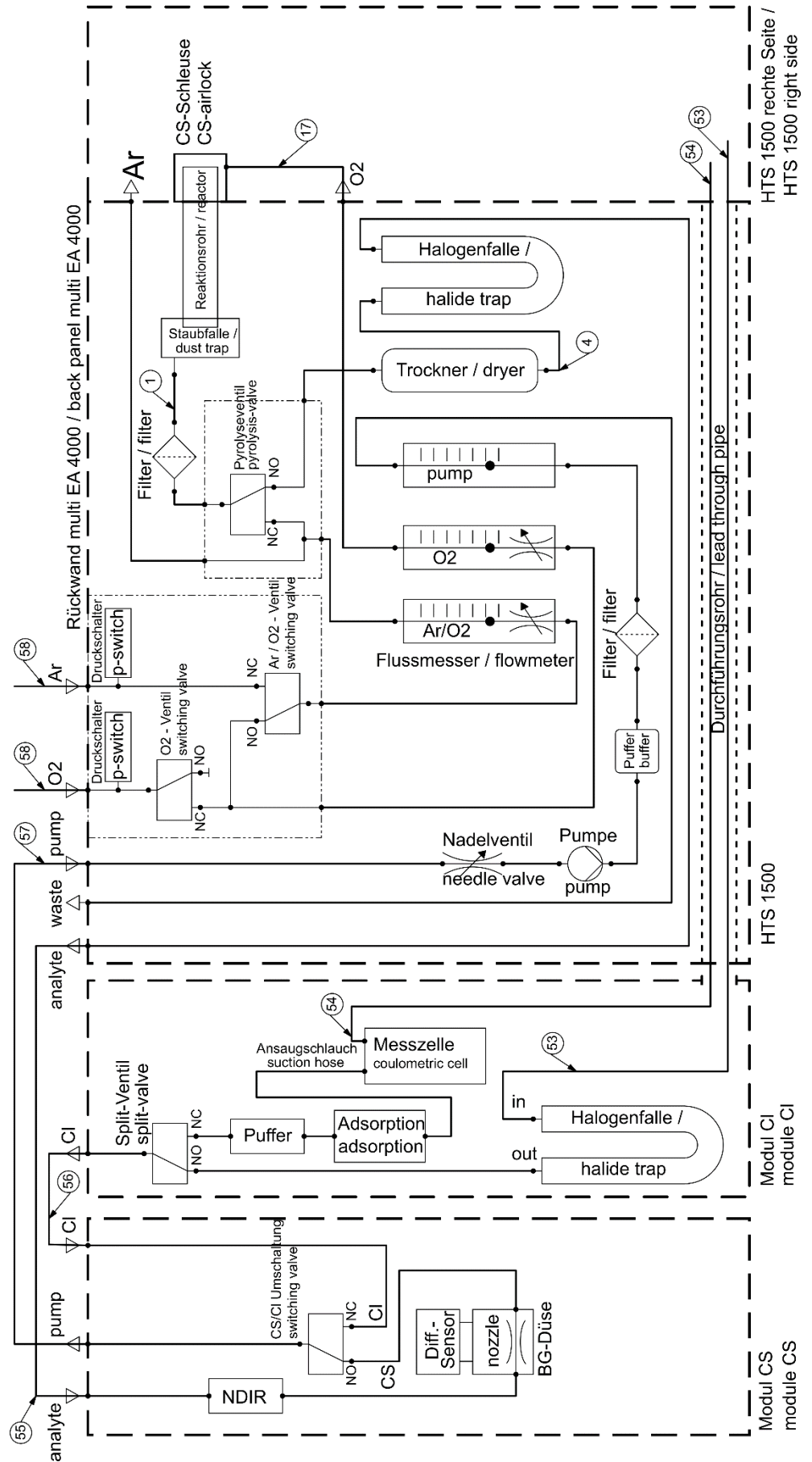


Fig. 34 multi EA C/S Cl para mediciones de C/S

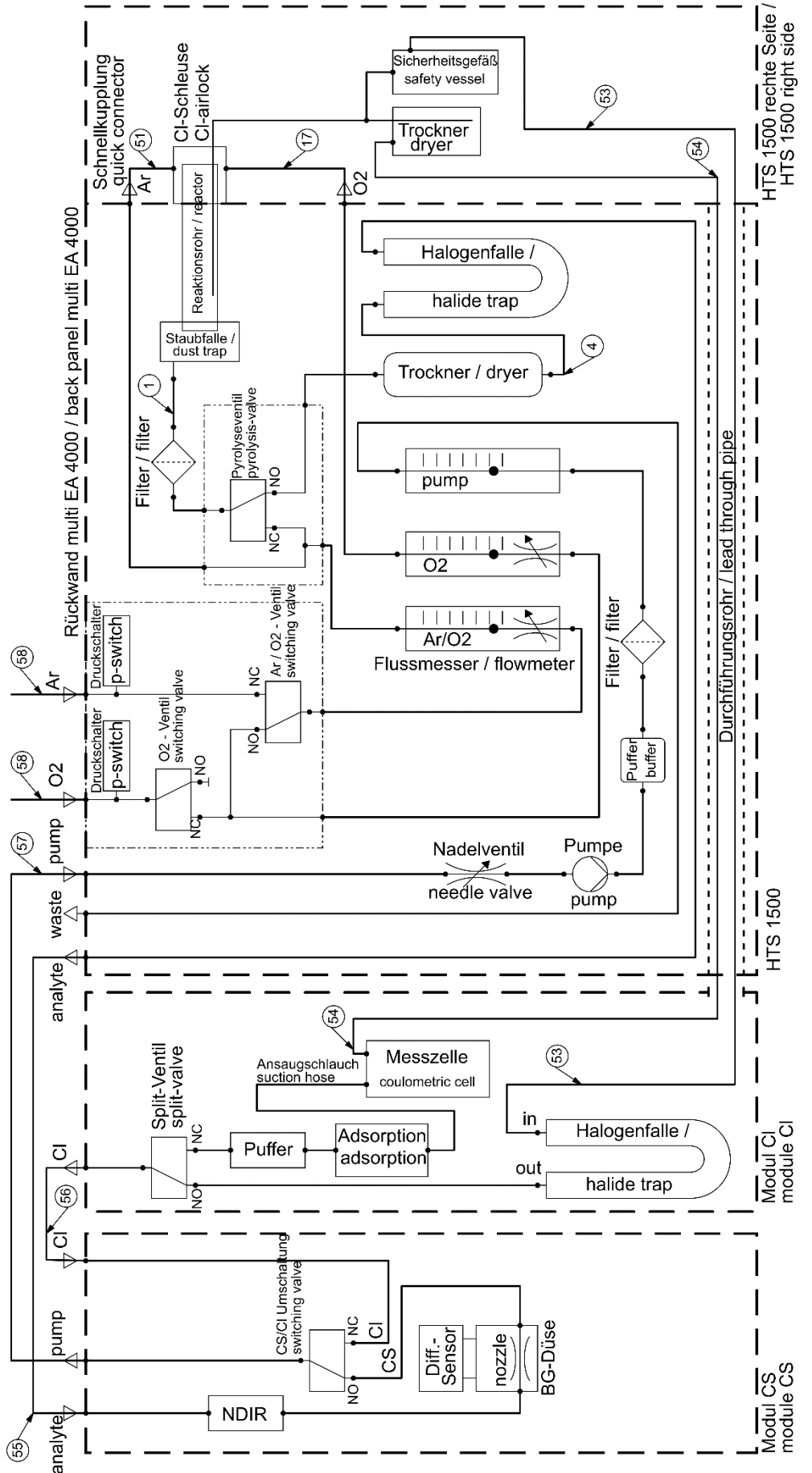


Fig. 35 multi EA 4000 C/S Cl para mediciones de Cl

5.3.4 Emplazamiento del módulo de materia sólida TIC automático

Conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo C/S – módulo CI deben establecerse los siguientes conectores y conexiones:

Conexiones multi EA 4000	Objetivo
"analyte out"	⇒ Módulo TIC "analyte (HT)"
"O ₂ "	⇒ conexión de gas para oxígeno
Cable de red	⇒ Alimentación eléctrica
"com1"	⇒ Módulo TIC "COM (HT)"
"pump-in"	⇒ Módulo C/S "pump"
"Ar"	⇒ Conexión de gas para el argón (solo es necesaria para la medición de CI y pirólisis)
"waste out"	⇒ salida abierta para aire saliente del analizador
otras conexiones del módulo C/S	Objetivo
"PC"	⇒ Puerto USB para la conexión con el ordenador
"valve"	⇒ Módulo TIC "valve (module)"
"scale"	⇒ balanza externa (opcional)
"PC"	⇒ Módulo TIC "COM (module)"
"sampler"	⇒ Conexión del automuestreador FPG 48
"analyte"	⇒ Módulo TIC "analyte (module)"
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒ Alimentación eléctrica
otras conexiones del módulo TIC	Objetivo
"waste"	⇒ Conexión de la manguera de desechos para desviar el condensado
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒ Alimentación eléctrica

Planos del sistema de
manguera

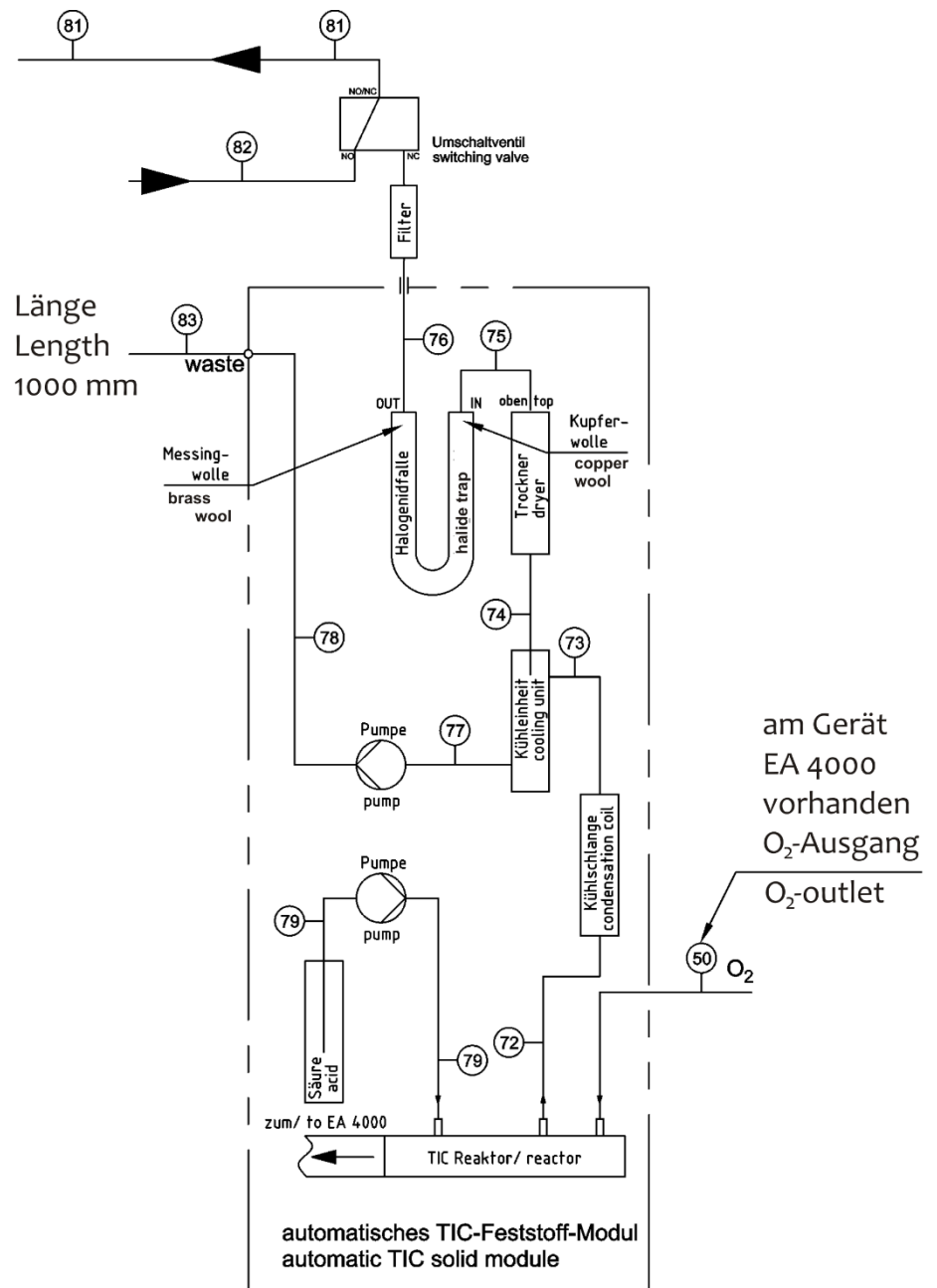


Fig. 36 Módulo de materia sólida TIC automático

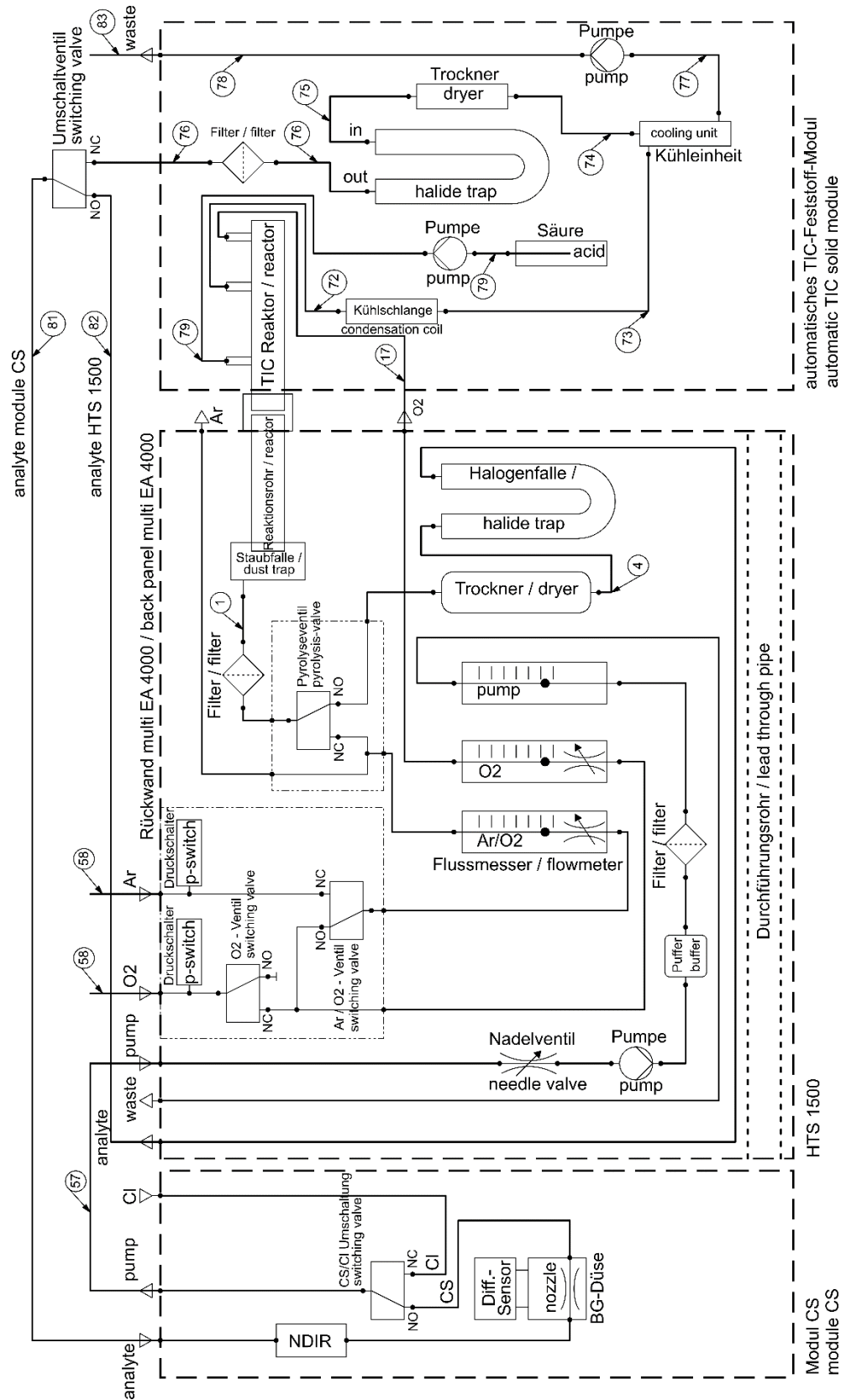


Fig. 37 multi EA 4000 C/S con módulo de materia sólida TIC automático

5.3.5 Emplazamiento del módulo de materia sólida TIC manual

Conectores y conexiones

Para la combinación multi EA 4000 – módulo C/S – módulo de materia sólida TIC deben establecerse los siguientes conectores y conexiones:

Conexiones multi EA 4000		Objetivo
"analyte out"	⇒	Abierto
"O ₂ "	⇒	conexión de gas para oxígeno
Cable de red	⇒	Alimentación eléctrica
"com1"	⇒	Módulo C/S "COM"
"pump-in"	⇒	Abierto
"Ar"	⇒	Conexión de gas para argón
"waste out"	⇒	salida abierta para aire saliente del analizador
conexiones del módulo C/S		Objetivo
"PC"	⇒	Puerto USB para la conexión con el ordenador
"scale"	⇒	balanza externa (opcional)
"pump"	⇒	Abierto
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica
Conexión "analyte"	⇒	Módulo TIC "analyte"
otras conexiones del módulo TIC		
"O ₂ "	⇒	Conexión de gas para oxígeno con acoplamiento rápido Ajustar la presión previa de oxígeno a 200 hasta 400 kPa (29 – 58 psi).
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica

Planos del sistema de mangueras

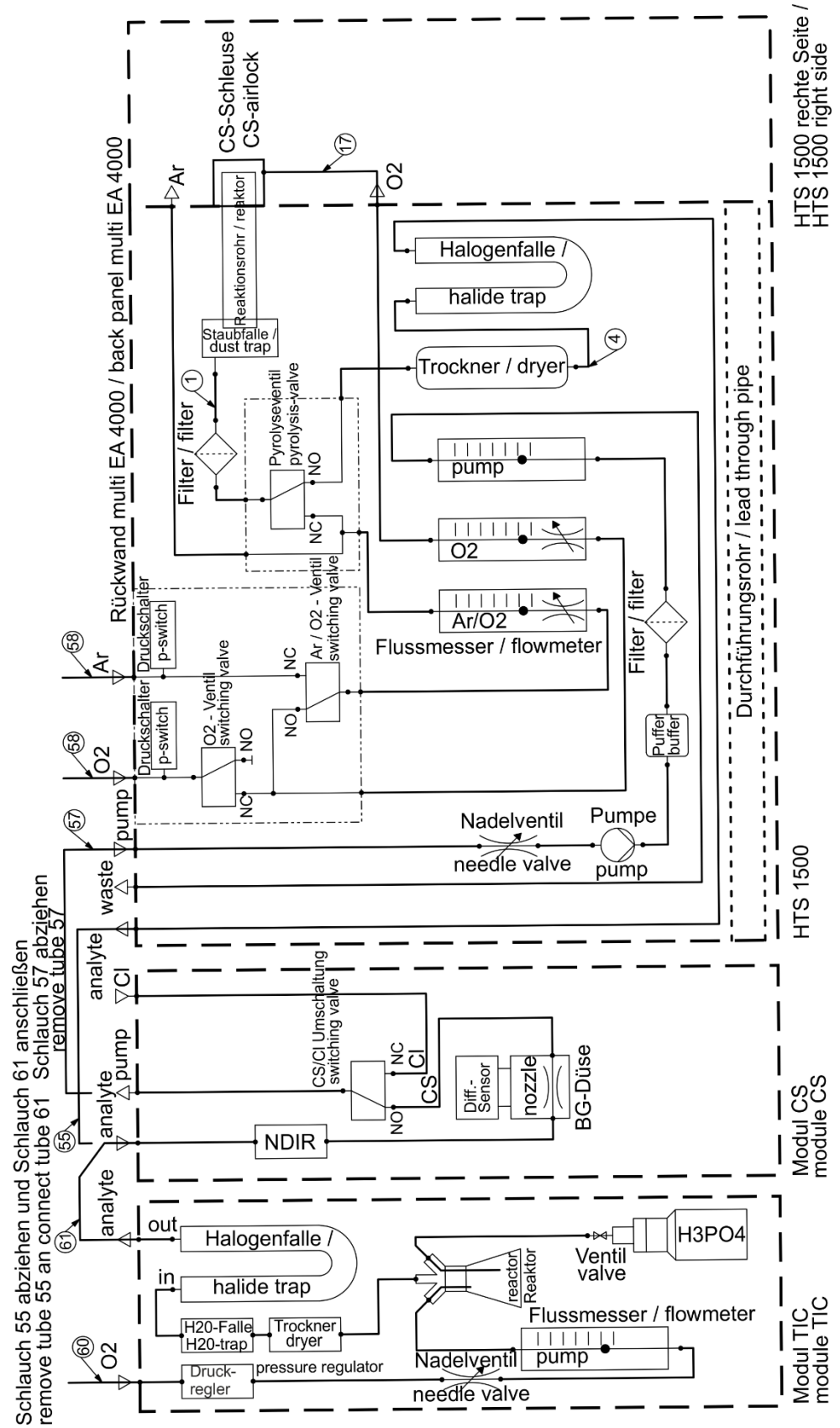


Fig. 38 multi EA 4000 C/S con módulo de materia sólida TIC manual

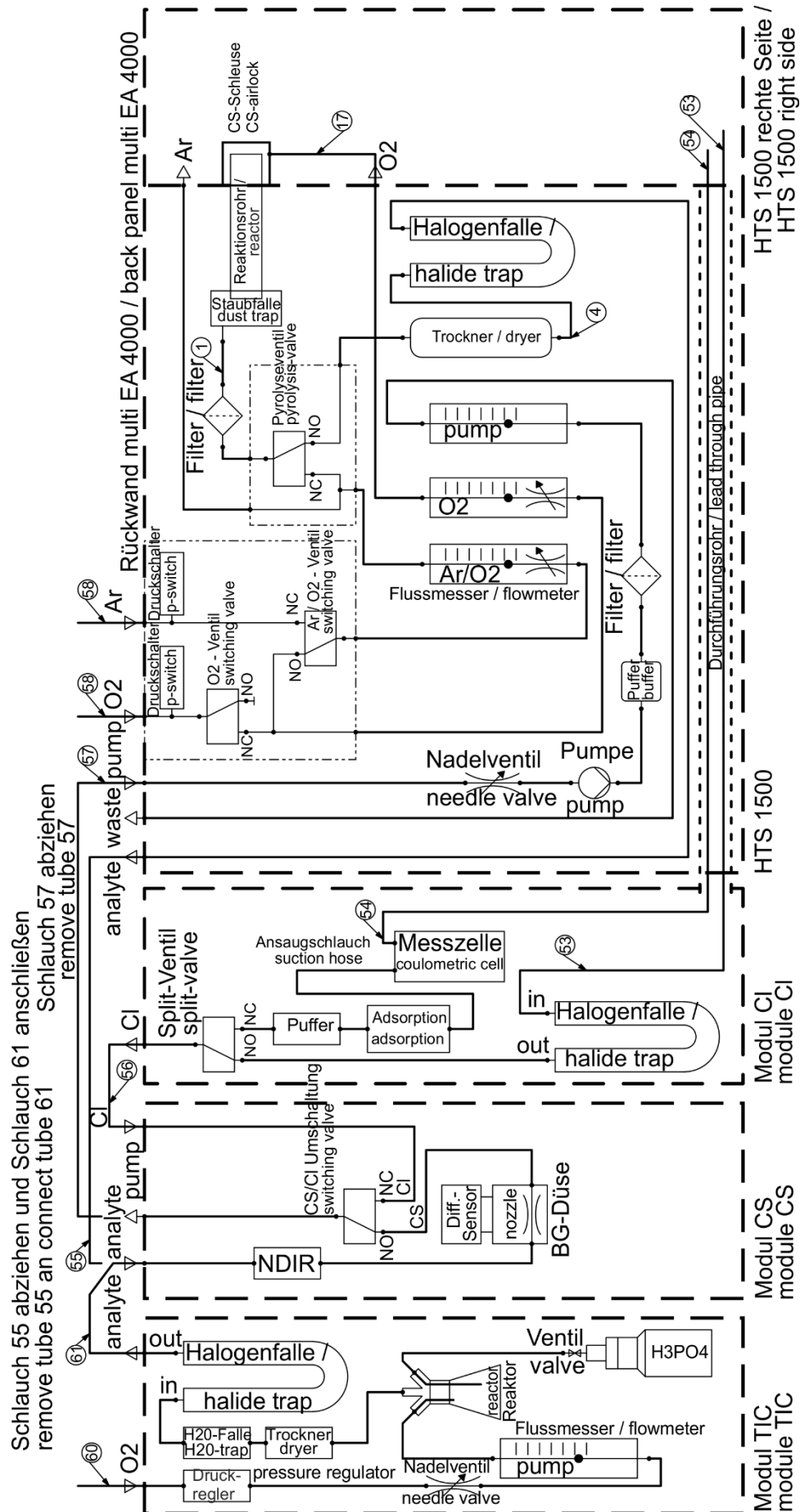


Fig. 39 multi EA 4000 C/S Cl con módulo de materia sólida TIC manual

5.4 Conectar y utilizar el automuestreador



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión caliente! Deje que el equipo base se enfríe suficientemente antes de instalar y alinear el automuestreador.

¡Durante el funcionamiento del automuestreador existe riesgo de quemadura por el contacto con la navecilla caliente y el gancho de cerámica! Después de extraerse del horno, la navecilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navecillas se mueven durante el encendido, la inicialización, el ajuste y en el modo de medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.



TENGA EN CUENTA

Conecte los dispositivos solo cuando estén apagados. De lo contrario es posible que el sistema electrónico sensible sufra un daño.

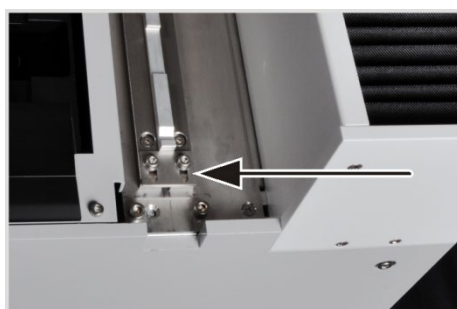
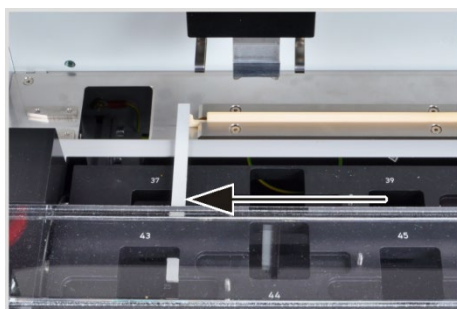
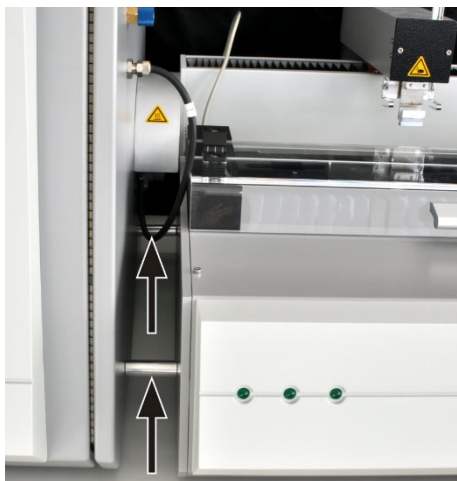
Preste atención a que el automuestreador esté posicionado en paralelo al equipo base y a un mismo nivel con el tubo de trabajo. Si la navecilla de muestras se introduce en el horno de manera inclinada o no está a la altura correcta con respecto al tubo de trabajo, puede romperse el gancho de cerámica o dañarse el tubo de trabajo.

5.4.1 Emplazamiento y ajuste del automuestreador FPG 48

Conectar el cargador de muestras al analizador según se indica a continuación:



1. Colocar el cargador en el lado derecho del analizador.
2. Conectar el cable del lado de baja tensión de la fuente de alimentación de la mesa a la conexión en la parte trasera del automuestreador. Conectar la fuente de alimentación a la red eléctrica.
3. Conectar el cable de datos serial suministrado a la interfaz "sampler" situada en la parte posterior del automuestreador. Conectar el otro extremo del cable a la interfaz "sampler" en la parte posterior del módulo con la unidad de control (módulo C/S o módulo CI).
4. Conectar el sensor de navecilla en la interfaz "aux" en la parte trasera del automuestreador.
5. Enchufar la conexión de tierra en la conexión en la parte trasera del equipo base.



6. Colocar el automuestreador de forma paralela al equipo base. El alargador del gancho debe estar centrado con respecto a la esclusa de gas.

Acercar el automuestreador al equipo base hasta que el FPG 48 toque el distanciador en el equipo base. Después de esto quedará un espacio de aprox. 2 mm entre el FPG 48 y la esclusa de gas que puede compensar la dilatación térmica del tubo de combustión.

7. De ser necesario, ajustar la altura del automuestreador con los pies regulables. El borde inferior de la abertura de la esclusa de gas debe estar al mismo nivel del borde superior de la superficie de apoyo del automuestreador.
8. Colocar el gancho de cerámica en el riel de guía del automuestreador.
9. Colocar la barra de desplazamiento sobre el gancho de tal manera que el pivote se asiente en la hendidura.
10. Colocar una navicilla en el avance (enganchar el ojal de la navicilla en el gancho) y desplazar manualmente la navicilla en el horno con cuidado. Prestar atención a que el gancho no corra ladeado o inclinado. De lo contrario, modificar la posición del automuestreador.
11. Comprobar la posición de partida del gancho de cerámica. El gancho debe estar alineado con el borde derecho de la posición izquierda de navicilla (en este caso, posición 37).
Para hacerlo, colocar una tira de papel o plástico recta (p. ej., una regla) en el borde y alinear la punta del gancho de cerámica con ella.

12. Si la configuración de fábrica no es correcta, aflojar los tornillos en la placa de tope del riel de guía. Desplazar la placa hasta que toque el extremo de la barra de desplazamiento. Fijar la placa de tope con los tornillos.

Tenga en cuenta No mueva el brazo del automuestreador con la mano, si el automuestreador está encendido. Si lo hace, esto puede dañar el accionamiento del FPG 48.

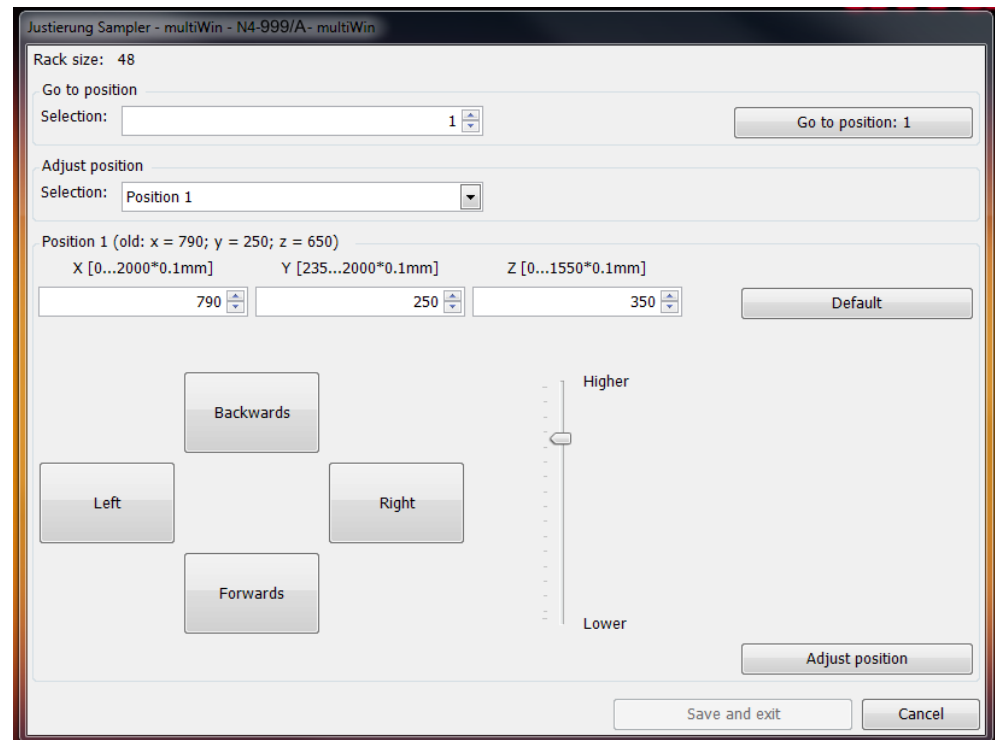
Ajuste de la pinza

Ajuste la pinza con ayuda del software multiWin en las siguientes posiciones:

- Posición 1
- Posición de desplazamiento
- Riel de descarga (p. ej., tras la instalación del módulo de materia sólida TIC automático)

Posición 1

1. Encender el equipo base, el detector con la unidad de control, el módulo de materia sólida TIC automático (de ser el caso) y el FPG 48. Iniciar el software multiWin y el analizador.
2. Seleccionar el comando SYSTEM ► SAMPLER ALIGNMENT en el menú. Se abre una ventana con el mismo nombre.



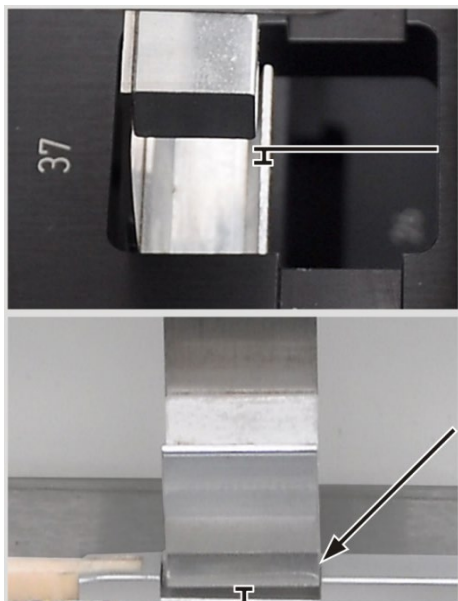
3. Colocar la pieza auxiliar de ajuste en la posición de navicilla a ajustar en el rack (en este caso, posición 37).
4. En la lista, seleccionar la opción POSITION 1 y hacer clic en [ADJUST POSITION]. El brazo del automuestreador se desplaza sobre la posición de navicilla izquierda.
5. Comprobar si la pinza está posicionada en el centro sobre la abertura de la pieza auxiliar de ajuste y si puede penetrar sin problema en la abertura. Corregir la orientación en dirección X y Y con las teclas de dirección.

Para el ajuste aproximado, seleccionar un valor z de 350; para el ajuste de precisión, valores entre 450-550. De esta manera se puede evitar que la pinza impacte con fuerza en el automuestreador. Comprobar las modificaciones con un clic en [ADJUST POSITION].

6. Ajustar la profundidad de descenso de la pinza.

Volver a hacer clic en [ADJUST POSITION]. Retirar la pieza auxiliar de ajuste al retroceder el brazo del automuestreador a la posición de partida.

7. Con el regulador HIGHER / LOWER, modificar la profundidad de descenso de la pinza y con un clic en [ADJUST POSITION] configurar la nueva posición.



8. Repetir el proceso hasta que la pinza esté solo unos milímetros por debajo del portador de navecillas. De esta manera se evita que la navecilla se deslice cuando es tomada por la pinza.
9. Hacer clic en [SAVE AND EXIT].

Posición de desplazamiento

La posición de desplazamiento es la hendidura en la barra de desplazamiento del gancho de cerámica. El brazo del automuestreador se inserta en la hendidura y desplaza el gancho dentro del horno.

1. Colocar el gancho de cerámica con la barra de desplazamiento junto a la placa de tope del FPG 48.
2. En la ventana SAMPLER ALIGNMENT, seleccionar SLIDING POSITION en la lista y hacer clic en [ADJUST POSITION].

El brazo del automuestreador se desplaza sobre la posición de desplazamiento.

3. Con el regulador HIGHER / LOWER, modificar la profundidad de descenso de la pinza. Con los botones [LEFT]/[RIGHT] y [FORWARDS]/[BACKWARDS], ajustar la posición en la hendidura.

La pinza debe ser alineada a la derecha y en el centro en la hendidura y debe estar suspendida ~1 mm por encima de la hendidura. El brazo del automuestreador no debe ejercer presión hacia abajo sobre la barra de desplazamiento.

4. Configurar la nueva posición con un clic en [ADJUST POSITION].
5. Repetir el proceso hasta que el ajuste sea suficiente. Para finalizar, hacer clic en [SAVE AND EXIT].

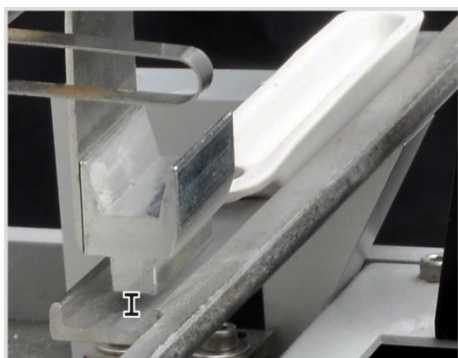
Riel de descarga

Solo si el portador de navecillas está montado (p. ej., si se utiliza el módulo de materia sólida TIC automático)

1. En la ventana SAMPLER ALIGNMENT, seleccionar EJECTION RAIL en la lista y hacer clic en [ADJUST POSITION].
2. Con el regulador HIGHER / LOWER, reajustar la profundidad de descenso de la pinza.

La pinza debe estar suspendida aprox. 1 mm por encima del riel y no debe apoyarse.

3. Colocar una navecilla al lado de la pinza y comprobar si la navecilla no puede deslizarse debajo de la pinza.
4. Configurar la nueva posición con un clic en [ADJUST POSITION].
5. Si se ha ajustado la posición, hacer clic en [SAVE AND EXIT].



5.4.2 Instalación del sensor de navecillas

El sensor de navecillas controla el traslado de la navecilla del automuestreador FPG 48 al horno. Reconoce las siguientes situaciones anómalas:

- Navecilla de cerámica rota
- No hay navecilla de cerámica en el gancho

Si se produce una de estas situaciones anómalas, la medición se interrumpe de inmediato. Se genera un mensaje de error en el software multiWin.

Si el sensor de navecillas no está instalado en el automuestreador, usted puede montarlo de la siguiente manera:



1. Deslizar desde la izquierda el sensor de navecillas en el riel de guía corto del FPG 48.
2. Atornillar fijamente el sensor con ayuda de los dos tornillos de hexágono interior.
3. Conectar el sensor de navecilla a la interfaz "aux" en la parte trasera del FPG 48.

Para reiniciar una medición después de una interrupción:

1. Confirmar el mensaje de error en el software.
2. De ser necesario, retirar las piezas rotas de la navecilla del horno y del gancho.
3. Desplazar el gancho de cerámica manualmente hasta el tope final.
4. Vuelva a iniciar el equipo.

5.4.3 Reequipar el automuestreador FPG 48 con portador de navecillas

El automuestreador debe ser modificado para mediciones con el módulo de materia sólida TIC automático. Los siguientes componentes deben ser reequipados:

- Potador de navecillas (bloque con riel de descarga para navecillas usadas)
- Gancho de cerámica con barra de desplazamiento larga.
- Cubierta para gancho de cerámica y barra de desplazamiento.

Con el portador de navecillas, el automuestreador puede desechar navecillas usadas y salpicadas de ácido en un contenedor de desechos. El uso del portador de navecillas se recomienda para no dañar innecesariamente el carrusel de navecillas debido a salpicaduras de ácido al volver a colocar navecillas usadas.

La barra de desplazamiento larga para el gancho de cerámica se necesita para poder deslizar las navecillas para determinaciones de TOC a través del reactor TIC hasta el horno del equipo base. La cubierta sobresale en el lado derecho sobre el automuestreador. Ella evita que la barra de desplazamiento o el gancho de cerámica se dañen al retroceder.

Los tres componentes también pueden adquirirse por separado.

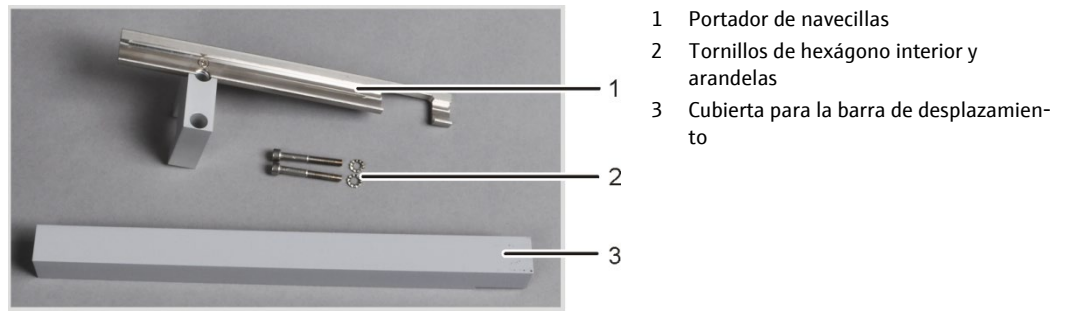
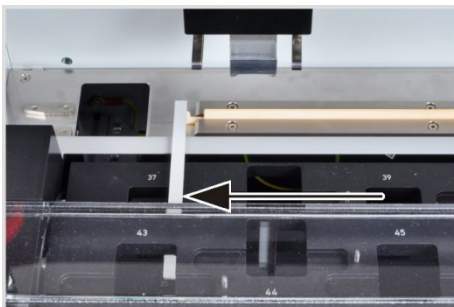
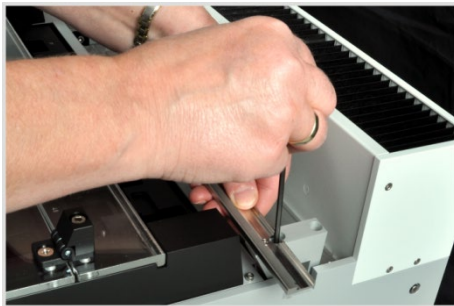
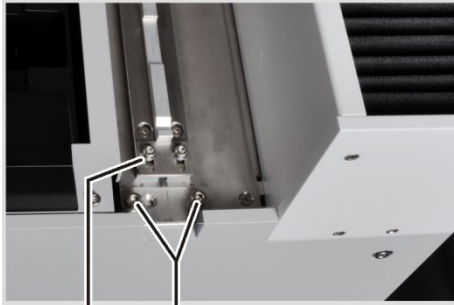


Fig. 40 Set de reequipamiento del FPG 48 para el uso del portador de navetas



1. Desatornillar la placa de tope del riel de guía (1).
2. Retirar los dos tornillos de hexágono (2).
3. Atornillar suavemente el portador de navetas con los tornillos suministrados al FPG 48.
4. Deslizar la cubierta del gancho bajo el bloque.
5. Colocar el gancho de cerámica en el riel de guía del automuestreador.
6. Colocar la barra de desplazamiento larga sobre el gancho de tal manera que el pivote se asiente en la hendidura.
7. Ajustar el gancho de cerámica en la posición de partida. La punta del gancho debe estar alineada con el borde derecho de la posición izquierda de navetilla (en este caso, posición 37).

Colocar una tira de papel o plástico recta en el borde y alinear el gancho de cerámica con ella.

8. Deslizar la cubierta de tal forma que el extremo posterior de la barra de desplazamiento toque la placa de tope al final de la cubierta. (Ver placa de tope en la imagen del recuadro)
9. Apretar con la mano los tornillos de hexágono interior al bloque y sujetar así la cubierta en su posición ajustada.

Al apretar los tornillos alinear el portador de navetas de forma paralela al riel de guía.

10. Iniciar el software multiWin e iniciar sesión como administrador.
11. Seleccionar el comando DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.
Se abre una ventana con el mismo nombre.
12. En la sección ACCESSORY MODULES, colocar una marca de verificación en EJECTION RAIL.
13. Ajustar la posición de la pinza con respecto al riel de descarga (→ ver sección "Emplazamiento y ajuste del automuestreador FPG 48" pág. 64).

5.4.4 Interrupción de medición mientras se utiliza el automuestreador FPG 48



TENGA EN CUENTA

Después de una medición interrumpida manualmente o debido a un fallo del dispositivo, desplace el gancho de cerámica con la mano hasta el tope final antes de reiniciar la medición.

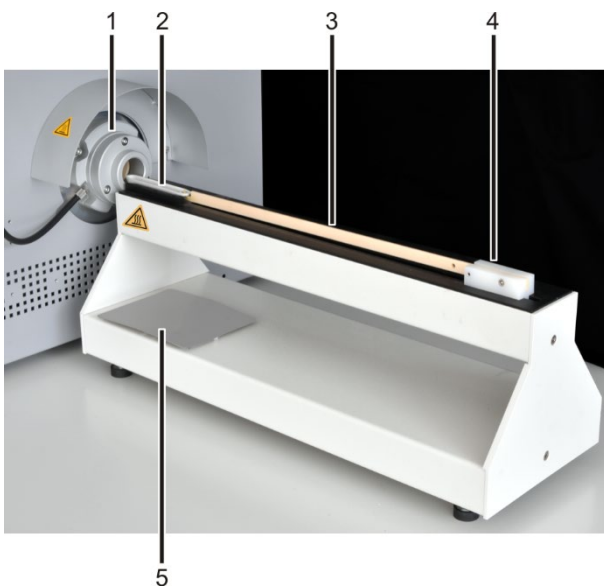
5.4.5 Utilizar el avance manual de muestras



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión caliente! Deje que el equipo base se enfríe suficientemente antes de instalar el avance manual de muestras.

¡Durante el funcionamiento con el avance de muestras existe riesgo de quemadura por el contacto con la navecilla caliente y el gancho de cerámica! Después de extraerse del horno, la navecilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



- | | | | |
|---|-----------------------|---|---------------------|
| 1 | Esclusa de gas | 4 | Asa |
| 2 | Navecilla de cerámica | 5 | Superficie de apoyo |
| 3 | Gancho de cerámica | | |

1. Colocar el avance manual de muestras frente a la esclusa de gas. Alinear el avance de tal manera que la navecilla de cerámica se desplace exactamente en el centro de la esclusa de gas.
La distancia entre el avance de muestras y la esclusa de gas debe ser de aprox. 2 mm.
2. Colocar una navecilla con el ojal en el gancho del avance de muestras e introducir la navecilla en el horno.
Precaución: Sujetar el gancho solo por el asa. Existe riesgo de quemadura en el horno.
Corregir la posición del avance de muestras si la navecilla se ladea.
3. Coger las navecillas calientes del gancho con una pinza y colocarlas sobre la superficie de apoyo para que se enfríen.

5.5 Conectar y utilizar una balanza externa

Al utilizar una balanza externa es posible importar las masas de las muestras directamente en la tabla de secuencia.

1. Conectar la balanza en la conexión "scale" del módulo C/S o módulo CI.
2. Conectar la balanza a la corriente eléctrica y encenderla.
3. Configurar la tasa de baudios en 9600.
4. Observar la documentación de la balanza para otras configuraciones.

Para la adopción de los pesos de las muestras, proceda de la siguiente manera:

5. Iniciar la medición hasta la introducción de la secuencia de análisis.
6. En la tabla de secuencia, hacer clic en el campo WEIGHT de la muestra.
7. Pesar la muestra en la navecilla.
8. Aceptar el valor de la balanza con [OK].
 - ✓ El peso aparecerá en el campo de entrada.
9. Repetir los pasos (2) – (4) para cada línea de secuencia.

6 Manejo

6.1 Encender / fase de calentamiento / ajuste



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento con el automuestreador FPG 48! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navetas se mueven durante el encendido y la inicialización. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.



TENGA EN CUENTA

Si existen grandes diferencias de temperatura entre el almacenamiento y el emplazamiento, antes de realizar la conexión espere a que el multi EA 4000 se haya adaptado a la temperatura ambiente para evitar daños en el dispositivo por condensación de agua.

Antes del encendido, compruebe lo siguiente:

- Los gases oxígeno y argón (para determinación de Cl o determinación del carbono elemental) están conectados con una presión inicial de 200 – 400 kPa (29 – 58 psi).
- Se ha colocado un tubo de combustión en el horno.
- Las mangueras de gas están conectadas a la esclusa de gas o al reactor TIC.
- Los módulos de análisis están conectados.
- El avance de muestras manual o el automuestreador están instalados y ajustados.
- El ordenador está conectado y el software multiWin está instalado.

Secuencia de encendido

1. Abrir el suministro de gas en el reductor de presión (presión inicial 200 – 400 kPa o 29 – 58 psi).
2. Encender el ordenador.
3. Encender el automuestreador FPG 48 (opcional).
 - ✓ Se inicializa el automuestreador FPG 48.
4. Encender el equipo base multi EA 4000 mediante el interruptor principal en la parte trasera del equipo y el interruptor de encendido/apagado en la parte frontal (detrás de las puertas).
5. Encender los módulos de análisis.
 - ✓ Los dispositivos se inician. Las lámparas indicadoras de estado en la parte frontal del equipo base y los módulos se encienden.
6. Iniciar el programa multiWin.
7. Realizar el inicio de sesión de usuario.

Introducir ADMIN como USER y PASSWORD en cada caso. Dicho usuario ha sido creado en la nueva instalación del programa y tiene derechos de administrador.
8. Hacer clic en el botón [INITIALIZE ANALYZER].

- ✓ Una vez que se haya iniciado sesión con éxito se produce la inicialización y la detección automática de todos los componentes conectados y encendidos.

Fases de calentamiento y de puesta en servicio

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

- Flujo de gas de medición: se muestra al encenderse la bomba de aspiración (100 ± 10 l/h).
- Bomba de aspiración en el equipo base: La bomba se enciende 50 K antes de que se alcance la temperatura teórica.
- Temperatura del horno: el tiempo de calentamiento dura aprox. entre 30 y 60 min., en función de la temperatura teórica indicada.
- Detector NDIR (solo determinaciones de C, S o C/S): En el módulo C/S requiere un tiempo de puesta en servicio de unos 15 min. después de haber sido encendido.
- Coulómetro (solo determinación de Cl): aprox. 10 min de tiempo de puesta en servicio

Durante dicho tiempo, las indicaciones de los componentes que aún no están preparados para el servicio se muestran en rojo en la ventana de estado.

6.2 Medición C/S

6.2.1 Preparar el multi EA 4000 y el módulo C/S



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión caliente! Deje que el equipo base se enfríe suficientemente antes de realizar modificaciones.

La esclusa de gas para mediciones C/S se compone de un cuerpo base y un anillo de presión. En la esclusa de gas se mantiene una rendija anular entre el cuerpo base y el anillo de presión, a través de la cual el oxígeno entra al tubo de combustión. El cuerpo base también se utiliza para mediciones con el módulo de materia sólida TIC automático.

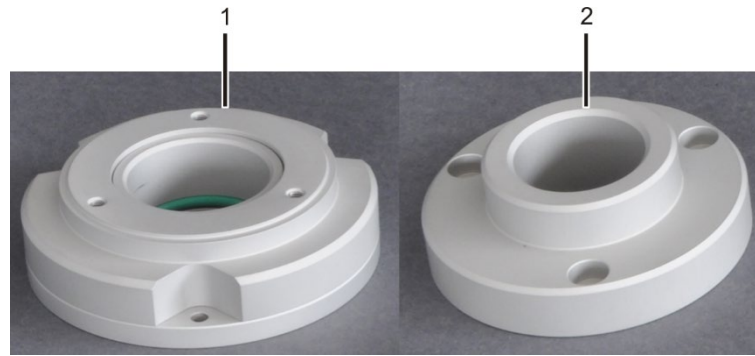


Fig. 41 Esclusa para mediciones de C/S

1 Cuerpo base

2 Anillo de presión

Para mediciones de C/S se utiliza un tubo de combustión de cerámica. Ambos extremos del tubo están biselados y son simétricos. Mediante los extremos biselados, el tubo de combustión es introducido en la esclusa de gas y en la trampa de polvo.

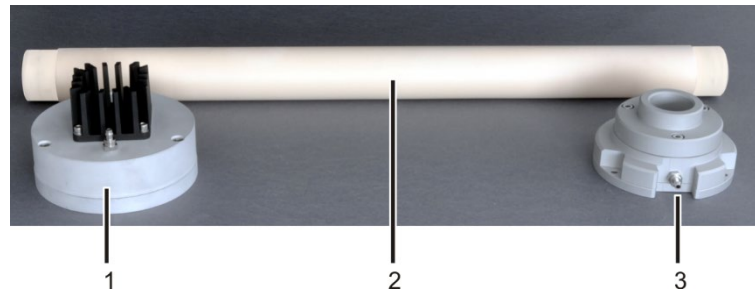


Fig. 42 Tubo de cerámica con trampa de polvo y esclusa de gas

1 Trampa de polvo con aleta de refrigeración

3 Esclusa de gas con boquilla

2 Tubo de cerámica biselado

Compruebe las conexiones eléctricas y las conexiones de mangueras de acuerdo con la sección "Emplazar el multi EA 4000" pág. 51y ss.



1. Ensamblar la esclusa de gas. Comprobar que el anillo obturador esté bien colocado (ver flecha).

Atornillar el cuerpo base y el anillo de presión entre sí con 3 tornillos de hexágono interior. Apretar los tornillos de manera uniforme en secuencia.

2. Para determinaciones de carbono: rellenar un extremo del tubo de cerámica con lana de cuarzo con aprox. 2,5 cm de espesor. Introducir la lana de cuarzo aprox. 2-4 cm en el tubo.

Tenga en cuenta No introduzca demasiado la lana de cuarzo en el tubo de cerámica, ya que esta se apelmaza a altas temperaturas.

El extremo relleno del tubo de cerámica se coloca más tarde en dirección de la trampa de polvo.



3. Introducir el tubo de cerámica en la esclusa de gas hasta el tope.

4. Introducir el tubo de cerámica con la esclusa de gas en la parte derecha en el multi EA 4000. Si el tubo se atora, continuar el deslizamiento con un giro leve sin presión.

5. Atornillar fijamente la esclusa de gas al equipo base con 3 tornillos de hexágono interior. La boquilla de gas debe estar dirigida hacia la parte frontal del equipo base.

6. Fijar la manguera de oxígeno (manguera n.º 17) a la esclusa de gas.

Para ello, empujar la manguera en la boquilla de gas y asegurarla con la tuerca de unión.

7. Extraer la protección contra contacto de la trampa de polvo de la abertura en la parte izquierda del equipo base (ver imagen abajo).

8. Colocar la trampa de polvo en el tubo de cerámica. Alinear la trampa de polvo de tal manera que la boquilla de gas quede hacia arriba.

Introducir la trampa de polvo en el tubo en dirección al eje del tubo con un movimiento de giro y presionar ligeramente hasta que la trampa de polvo se deslice en el tubo hasta el tope.

9. Deslizar la manguera de gas de medición (manguera n.º1) en la boquilla de gas y asegurarla con la tuerca de unión.



10. Volver a colocar la protección contra el contacto de la trampa de polvo.

Si ya se ha instalado la esclusa de gas es posible también introducir el tubo de cerámica en el equipo base desde el lado izquierdo a través de la abertura para la trampa de polvo.

- Para que sea más fácil, colocar primero la trampa de polvo en el tubo de cerámica.
- Colocar el tubo de combustión con trampa de polvo desde la izquierda en el horno. Introducir el tubo hasta la junta de la esclusa de gas.
- Compruebe que la trampa de halogenuro esté rellena con perclorato de magnesio y que solo haya lana de cuarzo en la parte inferior del tubo de secado.
- Para determinaciones de C, instale la trampa de halogenuro rellena con lana de cobre y de latón en el conducto de gas.
- Para determinaciones de S, retire la trampa de halogenuro y conecte en su lugar un tubo en U vacío.

Comprobar la trampa de halogenuro y el tubo de secado

La trampa de halogenuro absorbe una parte del azufre. Por ello, para determinaciones de C/S debe sopesarse el uso de la trampa de halogenuro. Para concentraciones bajas de azufre se recomienda no usar la trampa de halogenuro. Con concentraciones más altas debe instalarse la trampa de halogenuro en el conducto de gas.

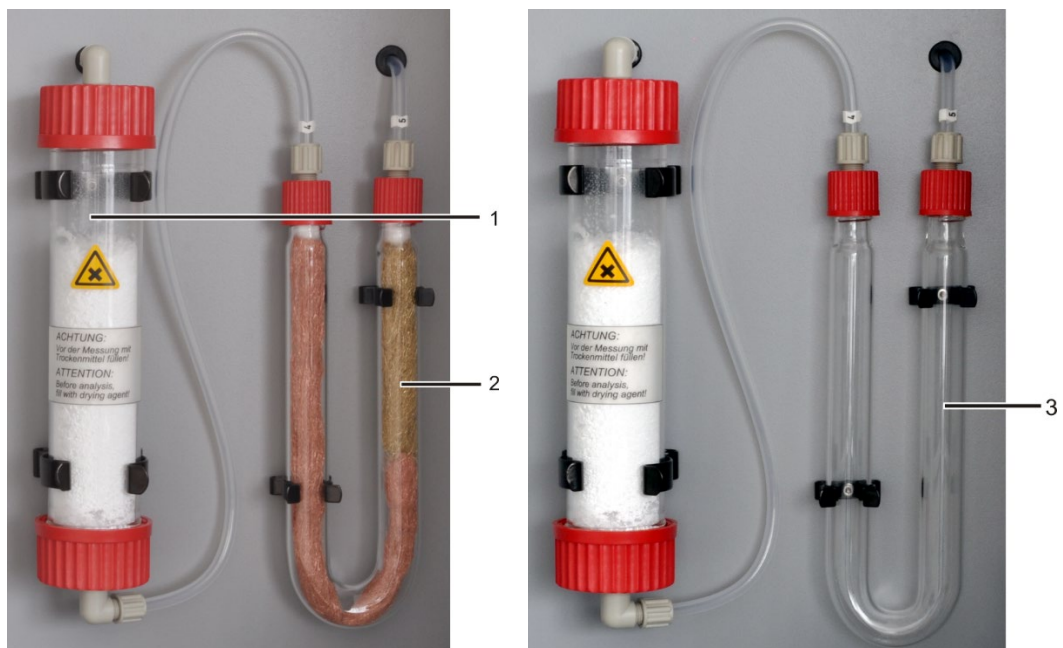


Fig. 43 Comprobar la trampa de halogenuro y el tubo de secado

- 1 Tubo de secado con perclorato de magnesio
- 2 trampa de halogenuro con lana de cobre y latón para determinaciones de C
- 3 Tubo en U vacío para determinaciones de S

6.2.2 Realizar mediciones de C/S



PRECAUCIÓN

¡Durante el funcionamiento del automuestreador y del avance de muestras manual existe riesgo de quemadura por el contacto con navcillas calientes y los ganchos de cerámica! Después de extraerse del horno, la navcilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navcillas se mueven durante el encendido, la inicialización y la medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.

Al equipar el automuestreador: no abra la cubierta hasta tanto el carrusel de navcillas haya dejado de moverse.

1. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo C/S y, si aplica, el FPG 48. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.
 - ✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.

Si se ha integrado un módulo de materia sólida TIC automático, encenderlo también. Con ello se toma en consideración la vía de transporte de navcillas más larga debido al reactor de TIC intermedio.

No encender el módulo CI si está presente.

2. Iniciar el programa multiWin.
3. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el punto DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.
 - Activar los ELEMENTOS a analizar.
 - Si se activa tanto carbono/azufre como cloro, en la lista COMBUSTION TUBE hacer clic en CERAMIC TUBE (CS).
 - Como STATES, activar la opción SOLID.
4. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
5. Cargar un método (punto del menú METHOD ► METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ► METHOD – NEW).

Para mediciones de C/S pueden seleccionarse los siguientes parámetros:


- TC (determinar solo contenido total de carbono)
 - TS (determinar solo contenido total de azufre)
 - TC+TS (determinar contenido total de carbono y contenido total de azufre)
6. Después de la fase de puesta en servicio, ajustar los siguientes flujos en los reguladores de flujo en la parte frontal del equipo base (1-3 en Fig. 2 pág. 20):


pump	O ₂	Ar/O ₂
Ajustar el flujo de aspiración, de tal manera que en la ventana STATUS ANALYZER se muestre el valor NOMINAL = 100 ± 10, lo que corresponde aprox. a 1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min	-





El sistema de análisis tiene ahora tiempo para acondicionarse.

Si el flujo de aspiración difiere considerablemente o se modifica posteriormente, reajustar el flujo de aspiración en la válvula "pump" del multi EA 4000.

7. Pesar las muestras en las navetas de cerámica.
8. Hacer clic en [START MEASUREMENT].
9. Crear o seleccionar un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.
10. Crear una secuencia de análisis.

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con .
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	solo en mediciones con automuestreador: Posición de la muestra en el rack de muestra La ocupación del rack de muestra solo debe efectuarse con números ascendentes. Sin embargo, no tiene que ser ininterrumpida.
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares de calibración o estándar AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Equipar el automuestreador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con un clic en .
- ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.

11. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].

En mediciones con avance de muestras manual se muestra una ventana de entrada antes del comienzo de toda medición para introducir el pesaje.

- ✓ El analizador comienza con el procesamiento de la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.

Es posible desactivar la alimentación de oxígeno en el programa multiWin durante largas pausas de medición para ahorrar oxígeno. Sin embargo, es necesario volver a activar la alimentación de oxígeno a tiempo (aprox. 10 min.) antes del inicio de la medición.

6.3 Determinación de carbono por pirólisis

6.3.1 Preparar el multi EA 4000 y el módulo C/S



PRECAUCIÓN

En la pirólisis se desprenden compuestos de carbono volátiles del multi EA 4000. Fije un tubo de aspiración directamente en las proximidades de la entrada del horno y asegúrese de la aspiración de los gases.

1. Comprobar las conexiones eléctricas y las conexiones de mangueras de acuerdo con la sección "Emplazar el multi EA 4000" pág. 51. Comprobar especialmente la conexión para argón en el multi EA 4000.
2. Colocar una aspiración sobre la esclusa de gas en la parte derecha del multi EA 4000 para eliminar los gases de la pirólisis.
3. Preparar el analizador, como se describe en la sección "Preparar el multi EA 4000 y el módulo C/S" pág. 73.
 - Montar el tubo de cerámica con la esclusa de gas y la trampa de polvo en el horno de combustión.
 - Asegurarse de que el tubo de secado está lleno y que en la trampa de halogenuro la lana de cobre y de latón no han cambiado de color.
4. Emplazar el automuestreador sólido FPG 48 (→ véase la sección "Conectar y utilizar el automuestreador" p. 64).

6.3.2 Ejecutar la determinación de carbono por pirólisis



PRECAUCIÓN

¡Durante el funcionamiento del automuestreador y del avance de muestras manual existe riesgo de quemadura por el contacto con navéculas calientes y los ganchos de cerámica! Después de extraerse del horno, la navécula y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navéculas se mueven durante el encendido, la inicialización y la medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.

Al equipar el automuestreador: no abra la cubierta hasta tanto el carrusel de navéculas haya dejado de moverse.



TENGA EN CUENTA

¡Peligro de daños en el horno! No trabaje permanentemente con temperaturas de horno por debajo de 1000 °C. De ser posible, limite el tiempo de funcionamiento para mediciones con pirólisis (con $T = 850\text{ °C}$).

1. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo C/S y, si aplica, el FPG 48. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.

✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.

No encender el módulo CI si está presente. Encender el módulo de materia sólida TIC automático, si está disponible, mediante el interruptor principal en la parte posterior.

2. Iniciar el programa multiWin.
3. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el punto DEVICE ▶ DEVICE – EDIT en el menú.
4. Activar los ELEMENTOS a analizar.
 - Si se activa tanto carbono/azufre como cloro, en la lista COMBUSTION TUBE hacer clic en CERAMIC TUBE CS.
 - Como STATES, activar la opción SOLID.
5. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
6. Cargar un método (punto del menú METHOD ▶ METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ▶ METHOD – NEW).
 - Seleccionar el parámetro "EC/TC" para la determinación de carbono por pirólisis.
 - Parámetros recomendados para el ajuste del método (tarjeta PROCESS):

FURNACE TEMPERATURE	850 °C
EC PURGE TIMGE	300 s

7. Después de la fase de puesta en servicio ajustar los siguientes flujos de gas:


pump	O ₂
Ajustar el flujo de aspiración, de tal manera que en la ventana STATUS ANALYZER se muestre el valor NOMINAL = 100 ± 10 , lo que corresponde aprox. a 1,7 l/min	2,3 – 2,5 l/min


El sistema de análisis tiene ahora tiempo para acondicionarse.





Si el flujo de aspiración difiere considerablemente o se modifica posteriormente, reajustar el flujo de aspiración en la válvula "pump" del multi EA 4000.

8. Pesar cada muestra en dos navcillas de cerámica.
9. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].
10. Crear o seleccionar un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.

11. Crear una secuencia de análisis.

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con . Para cada muestra deben preverse dos navecillas, las cuales serán procesadas una tras otra en la secuencia.
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestras o en la secuencia de análisis en mediciones con alimentación de muestras manual. La ocupación del rack de muestras solo debe efectuarse con números ascendentes. Sin embargo, no tiene que ser ininterrumpida.
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT O DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares de calibración o estándar AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Equipar el automuestreador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con el botón .
- ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.

12. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

En mediciones con avance de muestras manual se muestra una ventana de entrada adicional antes del comienzo de toda medición para introducir el pesaje.

- ✓ El analizador comienza con el procesamiento de la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.
- En la muestra en la **navecilla 1** se determina el carbono elemental (EC). Antes de la medición en la **navecilla 1** se lleva a cabo de forma automática la desconexión de la bomba de aspiración y la conmutación de oxígeno a argón. Ajuste el flujo de argón en el rotámetro Ar/O₂a 2,3–2,5 l/min. Este ajuste de flujo se mantiene para mediciones con pirólisis subsiguientes.
- La muestra en la **navecilla 1** es pirolizada primero en la corriente de argón al finalizar el tiempo de espera (lavado del tubo de combustión con argón). Allí se liberan los componentes de los compuestos de carbono existentes que son volátiles a la temperatura preseleccionada. En el caso ideal, y/o después del correspondiente tratamiento previo, el carbono elemental (EC) permanece en la navecilla.
- Después de la pirólisis se produce la conmutación a oxígeno y la bomba de aspiración se enciende. La porción del carbono (EC) restante en la muestra pirolizada se determina mediante la combustión en una corriente de oxígeno.

- La muestra en la **navecilla 2** es utilizada para la determinación del contenido total de carbono (TC) en una corriente de oxígeno.
- De la diferencia entre los dos valores de medición (TC y EC) obtenidos puede deducirse la cantidad de carbono degradable o activo.

Es posible desactivar la alimentación de gas en el programa multiWin durante largas pausas de medición para ahorrar oxígeno. Sin embargo, es necesario volver a activar la alimentación de oxígeno a tiempo (aprox. 10 min.) antes del inicio de la medición.

6.4 Determinación de Cl

6.4.1 Preparar el multi EA 4000 para mediciones de Cl



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión caliente! Deje que el equipo base se enfríe suficientemente antes de realizar modificaciones.



TENGA EN CUENTA

Mediante sales alcalinas (sudor en la mano) se producen cristalizaciones en el cuarzo al calentar el horno de combustión. Estas provocan una disminución de la vida útil del tubo. Intentar no tocar el tubo de combustión con la mano. Utilizar guantes de protección para el montaje de la esclusa en el tubo de combustión. Dado el caso, limpiar por fuera el tubo de combustión con etanol antes de su colocación en el horno de combustión.

Para mediciones de Cl se utiliza un tubo de cuarzo en el que se monta la esclusa de gas. En el tubo de cuarzo no se coloca ninguna trampa de polvo.

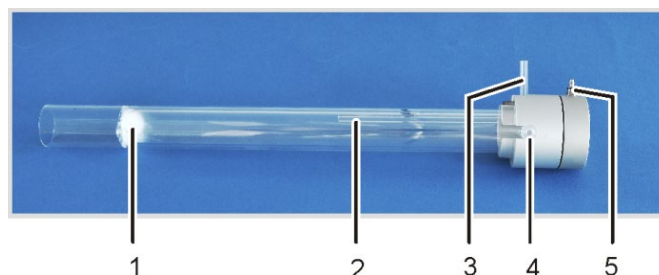


Fig. 44 Tubo de combustión de cuarzo con esclusa de gas

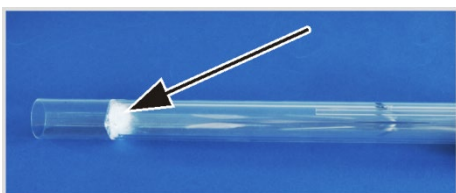
- | | |
|--|---|
| 1 Tapón de lana de cuarzo | 4 Salida del gas de medición con junta esmerilada |
| 2 Bypass para la alimentación de oxígeno | 5 Alimentación de argón en la esclusa de gas |
| 3 Boquilla de conexión para oxígeno | |

El tubo de cuarzo con esclusa de gas puede ser fijado al multi EA 4000 mediante una pieza de acoplamiento.



Fig. 45 Pieza de acoplamiento para mediciones de Cl

Compruebe las conexiones eléctricas y las conexiones de mangueras de acuerdo con la sección "Emplazar el multi EA 4000 Cl" o "Emplazar el multi EA 4000 Cl" pág. 53 y ss.



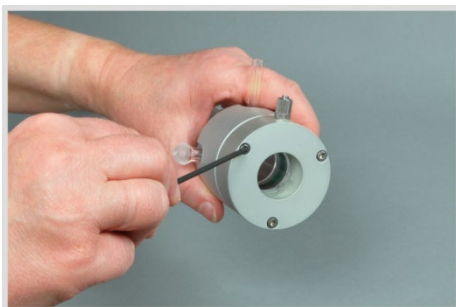
1. Rellenar el tubo de cuarzo con aprox. 2,5 cm de lana de cuarzo y empujar el tapón de lana hasta el final del tubo.



2. Colocar el anillo de obturación en el anillo de presión de la esclusa de gas.

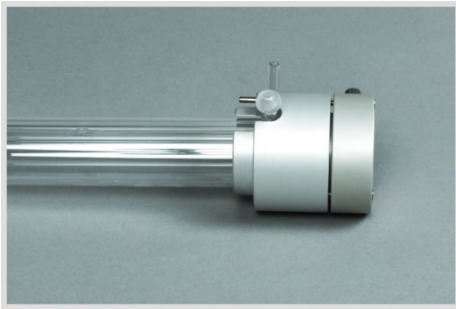


3. Introducir el tubo de cuarzo en el anillo de presión de tal manera que las salidas de gas sobresalgan en las hendiduras del anillo.



4. Ajustar la contrapieza de la esclusa de gas con los tres tornillos de hexágono interior correspondientes. Al hacerlo, apretar los tornillos de manera uniforme en secuencia.

Al apretar los tornillos, prestar atención a que el tubo de cuarzo esté centrado en la esclusa de gas.

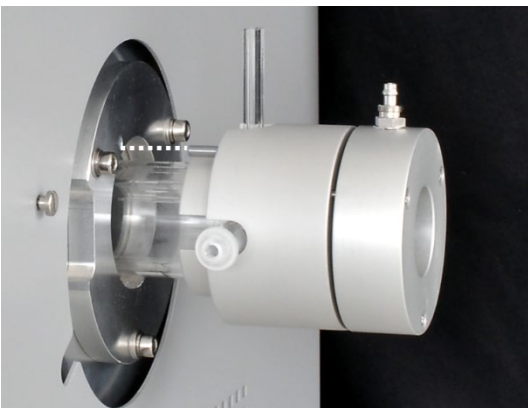


- ✓ La esclusa de gas estará montada correctamente, si la ranura entre el anillo de presión y la contrapieza tiene aprox. 1 mm de ancho de manera uniforme.

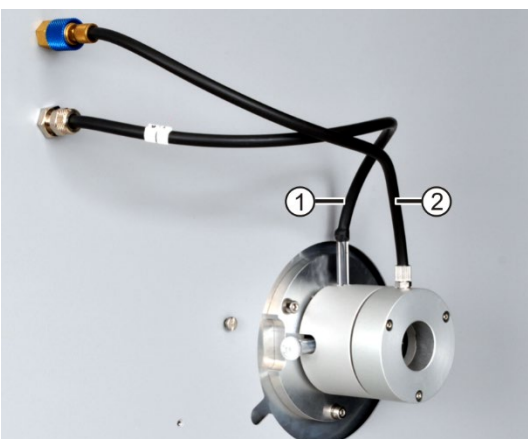


5. Montar la pieza de acoplamiento con tres tornillos de hexágono interior en la parte derecha del equipo base. Al hacerlo, prestar atención a que el orificio de guía esté ubicado sobre el orificio en el equipo base y que la ranura señale hacia el frente.

6. Retirar el panel de protección térmica. Para ello, soltar 2 tornillos de cabeza ranurada con un destornillador.



7. Introducir el tubo de cuarzo con la esclusa de gas hasta el tope en el horno de combustión. Al hacerlo, introducir el pasador de guía en el orificio de guía (ver línea punteada).



Sin usar el sensor de llama:

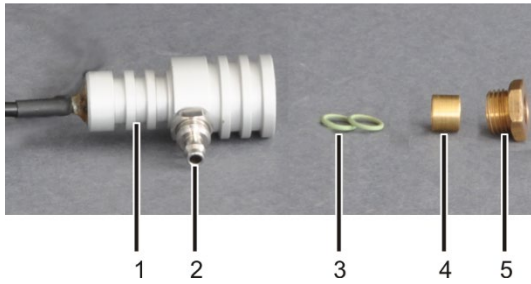
8. Conectar la manguera para alimentación de oxígeno (manguera n.º 17) en la boquilla de gas del tubo de combustión (1).
9. Conectar la manguera para alimentación de argón a la esclusa de gas (2).

Tenga en cuenta Las mangueras no deben doblarse ni torcerse.

- ✓ El tubo de cuarzo está colocado en el multi EA 4000.

- 1 Conexión para oxígeno
- 2 Conexión para argón

Conectar el sensor de llama (opcional)



- | | | | |
|---|------------------------------|---|--------------------|
| 1 | Cabezal del sensor | 4 | Casquillo de latón |
| 2 | Conexión de gas para oxígeno | 5 | Tornillo moleteado |
| 3 | Anillos obturadores | | |



1. Ensamblar el sensor de llama:

Secuencialmente, colocar los 2 anillos obturadores (3) y el casquillo de latón (4) en el cabezal del sensor (1).

Atornillar el tornillo moleteado de aluminio (5) solo levemente en el cabezal del sensor.

Nota: El sensor de llama se suministra con un tercer anillo obturador como recambio.

2. Colocar el disco de orificio negro (1) sobre la boquilla del tubo de cuarzo.
3. Fijar la manguera para alimentación de oxígeno (manguera n.º 17) en la conexión de gas (3).
4. Colocar el sensor de llama sobre la boquilla de gas y asegurarlo con el tornillo de latón (2). Apretar a mano el tornillo.
5. Conectar el cable del sensor de llama al conector "valve" en la parte trasera del módulo C/S (o módulo CI).

Conectar el recipiente de ácido sulfúrico

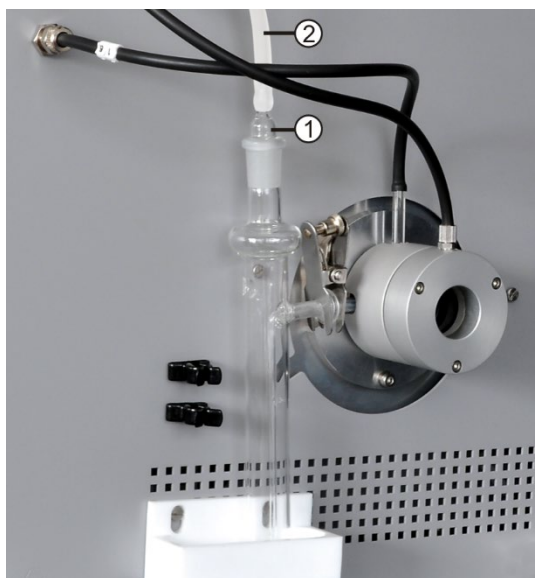
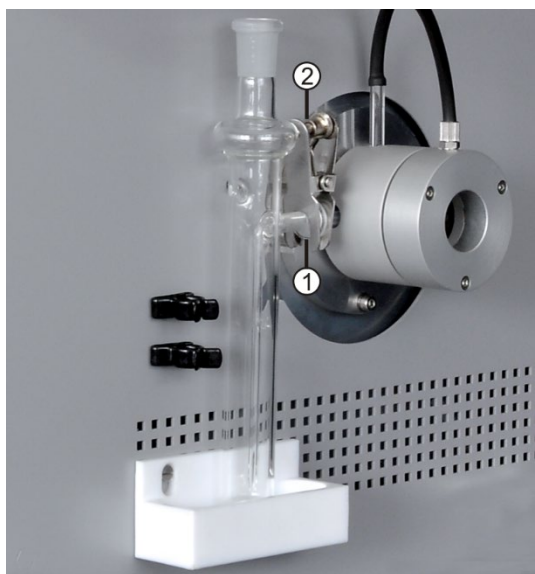
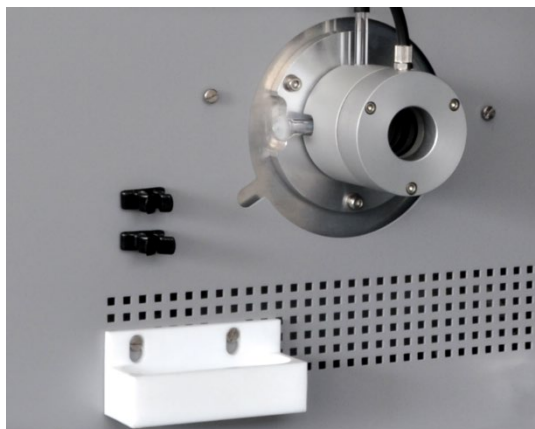


ADVERTENCIA

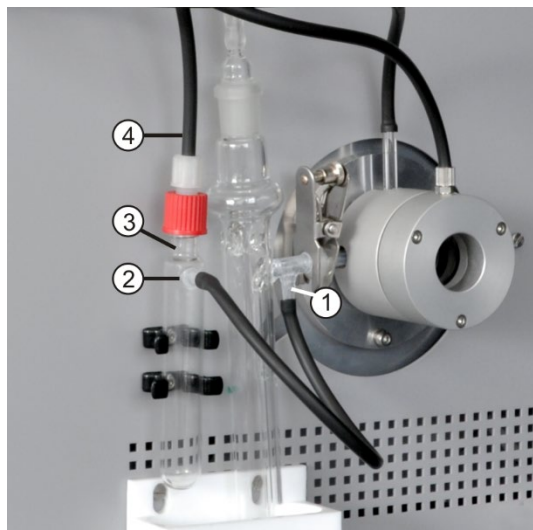
¡El ácido sulfúrico concentrado utilizado como agente secante en el recipiente de ácido sulfúrico puede causar abrasiones serias!

Lleve puesta ropa de protección adecuada al cambiar el ácido sulfúrico. Observe todos los requerimientos de la hoja de datos de seguridad. ¡Actúe con sumo cuidado al llenar el ácido sulfúrico!

En función del método de medición se utiliza un recipiente de ácido sulfúrico con o sin salida separada.



1. Atornillar la cubeta PTFE y las 2 pinzas para el recipiente de seguridad al equipo base, si es necesario.
2. Llenar el recipiente de ácido sulfúrico con 12–15 ml de ácido sulfúrico.
3. Sostener el recipiente de ácido sulfúrico lleno sobre la cubeta PTFE.
4. Unir la salida de gas del tubo de combustión y la entrada del recipiente de ácido sulfúrico con la conexión con esmerilado esférico (1).
5. Asegurar la conexión con esmerilado esférico con la pinza de horquilla (2). Para ello, apretar el tornillo moleteado con la mano.
6. Conectar la manguera de gas de medición (2, transparente) en la conexión de manguera de la oliva de vidrio.
7. Cerrar el recipiente de ácido sulfúrico con la oliva de vidrio (1).



1 Salida separada 3 Recipiente de seguridad
2 Manguito de empalme 4 Manguera de bypass

Solo para recipiente de ácido sulfúrico con salida separada:

8. Conectar la salida separada del recipiente de ácido sulfúrico (1) mediante un trozo de manguera corto con el conector lateral del recipiente de seguridad (2).
9. Presionar el recipiente de seguridad entre las 2 pinzas.
10. Conectar la manguera de bypass negra (4) en la parte de arriba del recipiente de seguridad (3).

En recipientes de ácido sulfúrico sin salida separada, la manguera de bypass cuelga libre.



11. Introducir la manguera de gas de medición (sin color) y la manguera de bypass (negra) a través del canal en el multi EA 4000. De ser necesario, tirar de las mangueras con una pinza desde el otro extremo del canal.

Conducir las mangueras a través de la abertura en la parte izquierda del módulo Cl.



Solo para recipiente de ácido sulfúrico con salida separada:

12. En el módulo Cl, conectar la manguera de bypass en la entrada de gas del lado de la trampa de halogenuro rellena de lana de cobre.

La manguera de gas de medición se conecta posteriormente al electrodo combinado (→ ver sección "Preparar la célula de medición" 89).

6.4.2 Elaboración de la solución de electrolito



ADVERTENCIA

¡El ácido acético y el ácido nítrico al 99 % utilizados para la elaboración de la solución de electrolito, así como el timol, pueden ocasionar abrasiones severas!

¡Al elaborar la solución de electrolito lleve puesta ropa de protección adecuada! Observe todos los requerimientos de las hojas de datos de seguridad.

Reactivos necesarios:

- 200 ml ácido acético c = 99%
- 4 ml ácido nítrico conc.
- 4 g gelatina
- 1,0 g timol
- 0,3 g timol sulfonaftaléina
- 500 ml metanol

Elabore la solución de electrolito como se indica a continuación:

1. Solución A:

Llenar 500 ml de agua ultrapura en un matraz graduado de 1000 ml, agregar 4 ml de HNO₃ (conc.), añadir con cuidado 200 ml de ácido acético y rellenar con agua ultrapura hasta la marca.

2. Solución B1:

Mezclar 4 g de gelatina en un vaso de vidrio con 400 ml de agua ultrapura, dejar reposar 3 horas y disolver seguidamente calentando a 35-45 °C.

3. Solución B2:

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

4. Solución B:

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

5. Solución C – Electrolito listo para usar:

Pipetear 8 ml de 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 los 500 ml.

Almacenaje y tiempo de conservación de las soluciones de electrolito

- Las soluciones A y B pueden conservarse aprox. 6 meses en recipientes sellados a 4 ± 3 °C.
- La solución de electrolito lista para el uso (solución C) se puede conservar en recipientes de vidrio sellados durante aprox. 30 días a 20-25 °C.

6.4.3 Preparar la célula de medición



TENGA EN CUENTA

El secado del electrolito en el electrodo combinado puede dañar el electrodo. Durante pausas de funcionamiento cortas, p. ej. durante la noche, conserve el electrodo en solución de electrolito.

Antes del primer uso, deje el electrodo durante 1-2 h dentro de la solución de electrolito. Solo después de hacerlo obtendrá valores reproducibles.

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

1. Verter el electrolito en el cuerpo base de la célula de medición (sobre la elaboración del electrolito ver sección "Elaboración de la solución de electrolito" pág. 88):
 - Célula "sensitive": aprox. 20 ml
 - Célula "high concentration": aprox. 120 ml
2. Colocar una varilla agitadora magnética en la base de la célula de medición.
3. Fijar la cubierta de la célula de medición con los 3 tornillos moleteados.
4. Colocar la célula de medición en el soporte del módulo CI. Al hacerlo, prestar atención a que la espiga de la célula de medición señale hacia el frente y encaje en la ranura guía del soporte.



- 1 Conexión del electrodo combinado
- 2 Conexión de gas de medición al electrodo combinado
- 3 Oliva con manguera de aspiración conectada
- 4 Conexión de la célula de medición
- 5 Tubo de adsorción relleno con carbón activo

5. Introducir el electrodo combinado y la oliveta de manguera con la manguera de aspiración en los agujeros previstos para ello de la cubierta de la célula de medición.
6. Conectar el electrodo combinado y la célula de medición en los conectores de la pared trasera del módulo CI.
7. Conectar la manguera del gas de medición (sin color) aprox. 1 cm en el extremo del electrodo combinado.

Tenga en cuenta Si se desliza la manguera muy profundo en el electrodo, se adherirá por succión. En dicho caso, el electrodo podría romperse al extraer la manguera.

8. Encender el multi EA 4000 con sus componentes de equipo (→ ver sección "Realizar la medición de Cl" pág. 90).
9. Ejecutar una rutina de punto final (→ ver sección "Rutina de punto final" pág. 90).
 - ✓ Cuando la rutina de punto final haya concluido el sistema estará listo para la medición.

10. De ser necesario, comprobar la célula con un método directo.

6.4.4 Rutina de punto final

Después de cada cambio de electrolito es necesaria una rutina de punto final. El punto de trabajo de la célula de medición coulombimétrica se encuentra en el rango de 1500-5000 Counts.

1. Iniciar la rutina de punto final a través del punto SYSTEM ► END POINT ROUTINE .
2. Retirar la oliva con la manguera de aspiración de la cubierta de la célula de medición, Cuando se pida, dosificar la solución de HCl directamente en la célula de medición:
 - Célula "sensitive": 200 µl de una solución de HCl 0,01 molar
 - Célula "high concentration": 200 µl de una solución de HCl 0,1 molar
3. Inmediatamente después de la dosificación, iniciar la rutina de punto final con un clic en [OK].

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

- ✓ El sistema está listo para hacer la medición.

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



TENGA EN CUENTA

Para proteger el electrodo combinado del desgaste, tenga en cuenta lo siguiente:

- Llene siempre la célula de medición antes de la rutina de punto final con electrolito fresco.
- No ejecute la rutina de punto final varias veces una detrás de otra.

6.4.5 Realizar la medición de Cl



PRECAUCIÓN

¡Durante el funcionamiento del automuestreador y del avance de muestras manual existe riesgo de quemadura por el contacto con navcillas calientes y los ganchos de cerámica! Después de extraerse del horno, la navcilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navcillas se mueven durante el encendido, la inicialización y la medición. Mantenga una distancia para evitar el aplastamiento de las manos.

Al equipar el automuestreador: no abra la cubierta hasta tanto el carrusel de navcillas haya dejado de moverse.

1. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo CI, el módulo C/S (solo con el multi EA 4000 C/S CI) y, si aplica, el FPG 48. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.
 - ✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.
2. Iniciar el programa multiWin.
3. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el comando DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.
 - Activar cloro como ELEMENTO a analizar.
 - Si se activa tanto carbono/azufre como cloro, en la lista COMBUSTION TUBE hacer clic en QUARTZ TUBE (CL).
 - Como STATES, activar la opción SOLID.
4. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
5. Cargar un método (punto del menú METHOD ► METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ► METHOD – NEW).

Para mediciones de CI pueden seleccionarse los siguientes parámetros:

- CI_AMP (determinar contenido de cloro en sustancias sólidas)
- CI_direct_AMP (comprobación de la célula de medición mediante pipeteo de un estándar líquido directamente en la célula de medición)

6. Ajustar los flujos de gas:

Mediciones de CI sin separación de gas

- En el método, en la pestaña PROCESS debe elegirse SPLIT 100 % para el funcionamiento sin separación.
- Para ello deben configurarse los siguientes flujos de gas:

Flujos de gas para mediciones sin separación de gas

pump	O ₂	Ar
aprox. 600 ml/min	300- 400 ml/min	300- 400 ml/min

- Al hacer el ajuste de los flujos de gas debe tomarse en cuenta lo siguiente:

El flujo de aspiración se configura en el regulador de flujo "pump". Debe ser aprox. 200 ml/min mayor que el flujo de oxígeno. Para garantizar la efectividad de la esclusa de gas, la suma del flujo de argón y de oxígeno debe ser superior al flujo de aspiración en al menos 200 ml/min.

Cuando se solicite, el usuario debe reducir manualmente el flujo de aspiración en el regulador de flujo "pump" del equipo base.



TENGA EN CUENTA

¡Es absolutamente necesario reducir el flujo de aspiración en el funcionamiento sin separación cuando se solicite! De lo contrario es posible que se aspire ácido sulfúrico o

solución de electrolito hacia el sistema de mangueras y los componentes subsiguientes y se produzcan daños allí.

Mediciones de Cl con separación de gas

1. En los parámetros de método configurar una de las siguientes proporciones de separación (en %) en la pestaña PROCESS:

Gas de medición	Proporción de separación
10	1 : 10
20	1 : 5

2. Los siguientes flujos de gas deben configurarse para el trabajo con separación de gas de medición:


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


Tomar primero el factor de separación de un método existente y volverlo a determinar seguidamente.





3. Pesar las muestras en las navcillas de cuarzo.

Muestras como aceite usado deben ser pesadas en navcillas de cuarzo sobre arena de sílice recocida y cubiertas con una cantidad suficiente de arena de sílice. Los pesajes de aceite no deben exceder los 50 mg.

4. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].
5. Seleccionar o crear un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.
6. Crear una secuencia de análisis

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con .
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestra La ocupación del rack de muestras solo debe efectuarse con números ascendentes. Sin embargo, no tiene que ser ininterrumpida.
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Equipar el automuestreador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con el botón .

- ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.

7. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

La muestra es pirolizada en una corriente de argón a temperaturas entre 300 y 600 °C (zona frontal del horno). Los productos pirolizados resultantes son oxidados por completo en una corriente de oxígeno a 1000 °C.

Utilizar el automuestreador FPG 48

- Seleccione un programa adecuado para el avance del automuestreador que contenga el tiempo de retención más largo en el área de calentamiento en la entrada del horno.
- En muestras muy reactivas, utilice el sensor de llama que se puede adquirir por separado.

Utilizar el avance manual de muestras



PRECAUCIÓN

Al alimentar el horno y observar simultáneamente la combustión es necesario llevar gafas protectoras.

- Iniciar la medición. Luego, introducir la navicilla en el horno.
- Desplazar la navicilla en el tubo de combustión hasta poco antes de la esclusa de gas, de tal forma que el centro de la navicilla se encuentre a la altura del panel frontal. Dejar calentar la navicilla brevemente.
- Seguidamente, desplazar la navicilla con cuidado a la zona caliente del horno de combustión. Al hacerlo, observar permanentemente el final del tubo de alimentación de oxígeno. Tan pronto se produzcan fenómenos luminosos por la combustión de gases de la pirólisis, mantener la navicilla en la posición actual. Cuando disminuya la luminosidad, seguir desplazando la navicilla lentamente. Cuando vuelvan a producirse luces, volver a detener la navicilla y así sucesivamente hasta que la navicilla se encuentre por completo dentro del horno (la posición está predeterminada por el tope en el avance de muestras). En dicha posición los productos volátiles de la pirólisis se queman a 1000-1100 °C.
- Tras el desplazamiento de la navicilla a la zona caliente, confirmar el mensaje en la pantalla con [OK].



TENGA EN CUENTA

El avance de la navicilla debe realizarse lentamente para que los gases de la pirólisis se generen lentamente y puedan quemarse por completo. Una alimentación muy rápida de la muestra puede producir una combustión incompleta y generar así restos de hollín en el sistema de análisis, lo que ocasionaría resultados de medición incorrectos.

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

6.4.6 Comprobación de la proporción de separación

La proporción de separación configurada debe ser comprobada con un estándar antes de una serie de mediciones y deben corregirse las posibles desviaciones.

Se recomiendan las siguientes concentraciones estándar:

Célula de medición	Concentración estándar
"high concentration"	HCl 1 molar
"sensitive"	HCl 0,1 molar

1. Introducir 50 µl del estándar en el horno caliente sobre una estera de cerámica en una navecilla.
2. Ejecutar la determinación con el método:
 - Repetir la medición del estándar tres veces y determinar el promedio.
 - Calcular el factor de separación F:

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

a_{soll} contenido absoluto de Cl esperado en µg

$\overline{a_{ist}}$ contenido absoluto de Cl promedio obtenido de las 3 mediciones estándar

- Introducir en el método el factor calculado en la pestaña CALIBRACIÓN en el campo de entrada FACTOR DIARIO. Aceptar el valor con [ACEPTAR] para las siguientes mediciones.

Para la determinación de un nuevo factor de separación debe colocarse en el método el valor 1 en el factor diario en la pestaña CALIBRACIÓN.

6.4.7 Recocido de las navecillas de cuarzo

Las navecillas de cuarzo deben ser recocidas

- antes del primer uso
- después de la limpieza de la suciedad fuerte.

Para ello, ejecuta la rutina de medición con las navecillas de cuarzo vacías.

6.5 Determinación del TIC/TOC con módulo de materia sólida TIC automático

6.5.1 Preparar el módulo de materia sólida TIC automático



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión caliente! Deje que el equipo base se enfríe suficientemente antes de realizar modificaciones.

El reactor TIC del módulo de materia sólida TIC automático está compuesto por un tubo de cuarzo con entradas para ácido y oxígeno, así como una salida para el gas de medición. El tubo de cuarzo se monta mediante un acoplamiento al tubo de combustión de cerámica. Para la unión de ambos tubos se requieren las siguientes piezas:

- Cuerpo base de la esclusa de gas para mediciones de C/S (con anillos obturadores)
- Anillo de presión
- 2 Anillos obturadores
- Anillo grafilado

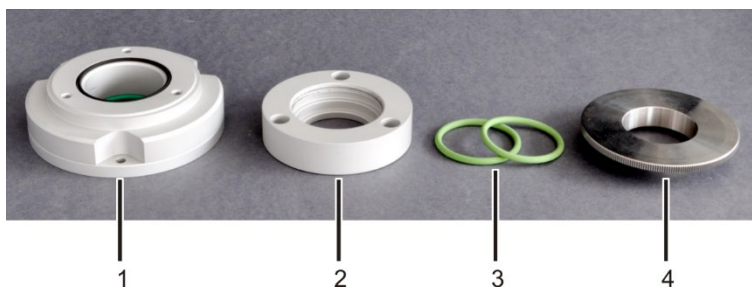
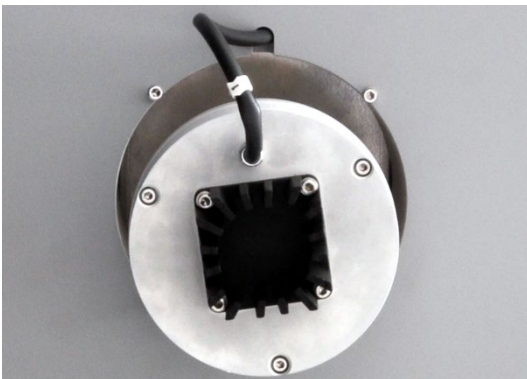
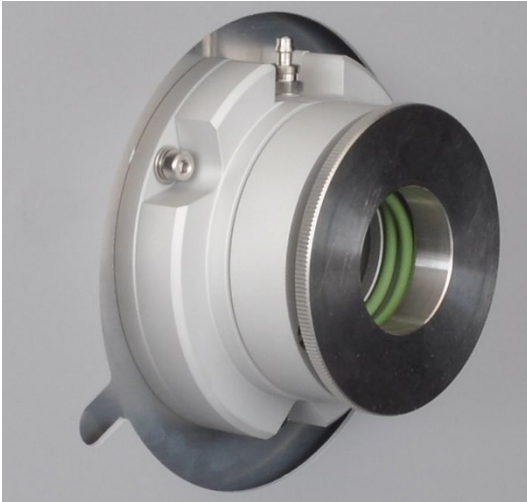


Fig. 46 Piezas individuales para la conexión

- | | | | |
|---|--|---|---------------------|
| 1 | Cuerpo principal de la esclusa de gas (en el cuadro con anillo obturador negro para anillo de presión) | 3 | Anillos obturadores |
| 2 | Anillo de presión | 4 | Anillo grafilado |

La conexión de gas en el cuerpo base (1 en Fig. 46) permanece libre en mediciones con el módulo de materia sólida TIC automático. El cuerpo base y el anillo de presión (2) se enroscan uno con otro de manera hermética, de tal manera que en dicha posición no pueda penetrar aire del ambiente en el sistema o salir gas de medición.



1. Ensamblar las piezas individuales del acoplamiento para la conexión del tubo de cerámica y el reactor TIC. Apretar ligeramente el anillo grafilado (4 en Fig. 46).
2. Montar el acoplamiento con 3 tornillos de hexágono interior en la parte derecha del multi EA 4000.

3. Deslizar la trampa de polvo en el tubo de combustión de cerámica. Insertar el tubo de cerámica con trampa de polvo en el multi EA 4000 a través del orificio en la parte izquierda.

Al hacerlo, alinear la trampa de polvo de tal manera que la boquilla de gas quede hacia arriba.

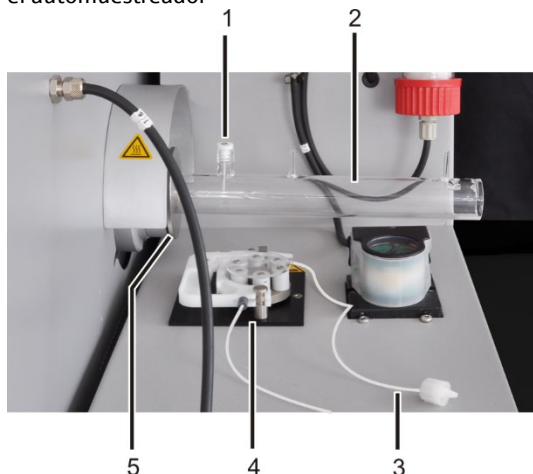
4. Montar la manguera de gas (manguera n.º 1) en la trampa de polvo.

Si el tubo se atora, continuar el deslizamiento con un giro leve sin presión. Introducir el tubo fijamente en la junta de la esclusa de gas.

5. Colocar la protección contra el contacto de la trampa de polvo en la parte izquierda del equipo base.
6. Colocar la lámina de protección térmica sobre la esclusa de gas.

7. Desenroscar los 2 distanciadores del multi EA 4000.
8. Posicionar el módulo de materia sólida TIC automático a la derecha del equipo base. Acercar el módulo de materia sólida TIC a la pared del equipo base hasta que los 2 distanciadores blancos del módulo toquen la pared del equipo.
9. Conectar las conexiones eléctricas y comprobar las conexiones de mangueras (→ ver sección "Emplazamiento del módulo de materia sólida TIC automático" pág. 58).

Conectar el reactor TIC y el automuestreador



- 1 Cánula de cerámica con anillo obturador
- 2 Reactor TIC de vidrio de sílice
- 3 Manguera de bombeo con conexión al reactor TIC
- 4 Bomba de manguera
- 5 Anillo grafilado

1. Introducir el reactor TIC (2) en el acoplamiento hasta que toque el tubo de cerámica. Al hacerlo, las conexiones del reactor TIC deben mirar hacia arriba.
2. Ajustar el reactor TIC al acoplamiento. Para ello, apretar el anillo grafilado (5) con cuidado.

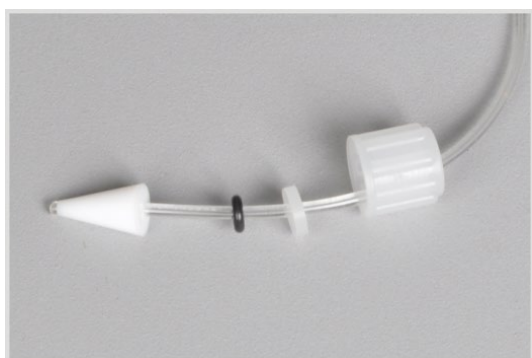
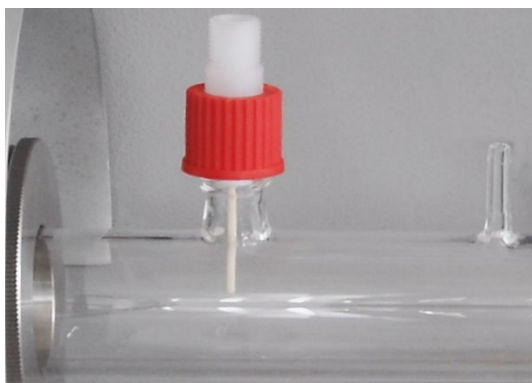
Tenga en cuenta El reactor debe apoyarse en el acoplamiento centrado.

Si no es posible colocar el reactor TIC de esta manera, desenroscar el anillo grafilado. Deslizar el anillo grafilado y los 2 anillos obturadores verdes sobre el reactor TIC. Introducir así el reactor TIC en el acoplamiento y enroscar fijamente.

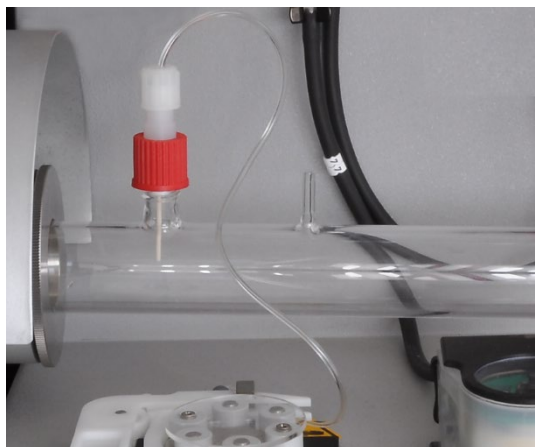
3. Colocar la cánula de cerámica con anillo obturador (1) en el puerto con rosca.
4. Montar la manguera de bombeo en el casete de la bomba de manguera (4).

El extremo de la manguera con la conexión al reactor (3) debe señalar al reactor.

5. Fijar la cánula de cerámica con el tapón roscado rojo.



6. Comprobar que la junta cónica, las juntas y el tapón roscado estén montados en la manguera de bombeo.



7. Enroscar la manguera de bombeo con la mano al tapón roscado rojo.

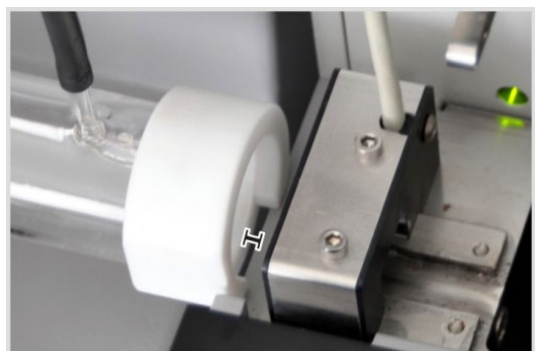
Tenga en cuenta El reactor TIC puede calentarse. Instale la manguera de la bomba de manera que no toque el reactor caliente.



8. Conectar la salida del gas de medición (1) con ayuda de la manguera n.º 72 al extremo superior del serpentín refrigerante en la parte trasera del módulo de materia sólida TIC.
9. En la boquilla del reactor para gas portador (2), conectar la manguera para la alimentación de oxígeno (n.º 17).

Tenga en cuenta Sostener el reactor siempre con una mano al colocar las mangueras. El reactor TIC puede romperse si se aplica una presión muy fuerte sobre el cilindro de vidrio.

10. Colocar el recipiente de ácido (3) en una bandeja colectora ante la bomba de ácido.
11. Introducir el extremo de la manguera de bombeo a través de uno de los orificios en el tapón roscado en el recipiente de ácido.



12. Deslizar el anillo PTFE blanco hasta el extremo del reactor TIC.
13. Emplazar el automuestreador FPG 48 y equiparlo con el portador de navetas (→ ver sección "Emplazamiento y ajuste del automuestreador FPG 48" pág. 64).

Acercar el automuestreador al módulo de materia sólida TIC. El reactor TIC con el anillo PTFE se apoya en el borde del portador de navetas.

Entre el reactor TIC y el automuestreador debe haber una separación de entre 2 y 4 mm para evitar tensiones por la expansión térmica del tubo de cerámica.

14. Alinear el automuestreador de tal forma que la navetilla de cerámica pueda ser introducida de manera recta en el reactor y ser empujada más a fondo en el horno en mediciones de TOC.
15. A la derecha, junto al FPG 48, bajo el riel de descarga, colocar un recipiente para las navetas usadas.

6.5.2 Reactivos necesarios

Para la determinación de TIC se requieren los siguientes reactivos:

- Ácido fosfórico al 40% (para el método diferencial recomendado)
- Ácido clorhídrico al 10% para determinaciones de TOC (para método directo)

6.5.3 Determinación del TIC con módulo de materia sólida TIC automático



PRECAUCIÓN

¡Durante el funcionamiento del automuestreador existe riesgo de quemadura por el contacto con la navicilla caliente y el gancho de cerámica! Después de extraerse del horno, la navicilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navicillas se mueven durante el encendido, la inicialización y la medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.

Al equipar el automuestreador: no abra la cubierta hasta tanto el carrusel de navicillas haya dejado de moverse.

1. Llenar el recipiente de ácido del módulo de materia sólida TIC con ácido fosfórico.
2. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo C/S, el módulo de materia sólida TIC automático y el automuestreador FPG 48. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.
 - ✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.

No encender el módulo CI si está presente.

3. Iniciar el programa multiWin.
4. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el punto DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.
 - Activar "C" en la lista ELEMENTS.
 - En la lista COMBUSTION TUBE, hacer clic en CERAMIC TUBE (CS) .
 - Como STATES, activar la opción SOLID.
 - Activar la opción EJECTION RAIL.
5. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
6. Cargar un método (punto del menú METHOD ► METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ► METHOD – NEW).

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

7. Después de la fase de puesta en servicio ajustar los siguientes flujos de gas:


pump	O ₂	Ar/O ₂
aprox. 1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
corresponde a NOMINAL = 100 ± 10 en la ventana STATUS ANALYZER		


Para el funcionamiento no se requiere argón, en el rotámetro "Ar/O₂" se recibe automáticamente oxígeno.





El sistema de análisis tiene ahora tiempo para acondicionarse.

Si el flujo de aspiración difiere considerablemente o se modifica posteriormente, reajustar el flujo de aspiración en la válvula "pump" del multi EA 4000.

8. Pesar la muestra en una navecilla de cerámica. El pesaje para la determinación del TIC debe ser máx. de 50 mg. Cubrir la muestra con un poco de arena de sílice recocida. La arena de sílice mejora la humectación de la muestra con ácido.
9. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].
10. Seleccionar o crear un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.
11. Crear una secuencia de análisis.

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con .
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestra La ocupación del rack de muestras solo debe efectuarse con números ascendentes. Sin embargo, no tiene que ser ininterrumpida.
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares de calibración o estándar AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Equipar el automuestreador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con el botón .
- ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.

12. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

- ✓ El analizador comienza con el procesamiento de la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.

- El receptor de navecillas recibe una navecilla del rack de muestras y la coloca en el gancho de cerámica
- El gancho de cerámica desplaza la navecilla hasta el reactor TIC. Cuando la navecilla ha alcanzado la posición bajo la cánula de cerámica comienza la adición de ácido de manera automática. Se va añadiendo ácido a toda la muestra durante el lento desplazamiento del avance de navecillas.
- El gas de medición con el TIC purgado es conducido a través del proceso de secado y limpieza del gas de medición del módulo de materia sólida TIC automático hasta el detector en el módulo C/S. Mediante el suministro del oxígeno en la entrada del reactor TIC se evita que escape gas de medición a través de la entrada abierta.

6.5.4 Determinación de TOC según el procedimiento diferencial con el módulo de materia sólida TIC automático



PRECAUCIÓN

¡Durante el funcionamiento del automuestreador existe riesgo de quemadura por el contacto con la navecilla caliente y el gancho de cerámica! Después de extraerse del horno, la navecilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navecillas se mueven durante el encendido, la inicialización y la medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.

Al equipar el automuestreador: no abra la cubierta hasta tanto el carrusel de navecillas haya dejado de moverse.

Se trata aquí del método recomendado.

1. Llenar el recipiente de ácido del módulo de materia sólida TIC con ácido fosfórico al 40%.
2. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo C/S, el módulo de materia sólida TIC automático y el FPG 48. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.
 - ✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.

No encender el módulo Cl si está presente.

3. Iniciar el programa multiWin.
4. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el punto DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.
 - Activar "C" en la lista ELEMENTS.
 - En la lista COMBUSTION TUBE, hacer clic en CERAMIC TUBE (CS) .

- Como STATES, activar la opción SOLID.
 - Activar la opción EJECTION RAIL.
5. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
 6. Cargar un método (punto del menú METHOD ▶ METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ▶ METHOD – NEW).

Seleccionar el parámetro TOC.

7. Después de la fase de puesta en servicio ajustar los siguientes flujos de gas:

pump	O ₂	Ar/O ₂
aprox. 1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
corresponde a NOMINAL = 100 ± 10 en la ventana STATUS ANALYZER		


El sistema de análisis tiene ahora tiempo para acondicionarse.


Si el flujo de aspiración difiere considerablemente o se modifica posteriormente, reajustar el flujo de aspiración en la válvula "pump" del multi EA 4000.





8. Pesar la muestra en 2 navcillas de cerámica.

El pesaje en la navcilla 1 para la determinación del TIC debe ser máx. de 50 mg. Cubrir la muestra con un poco de arena de sílice recocida. La arena de sílice mejora la humectación de la muestra con ácido.

9. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].
10. Crear o seleccionar un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.
11. Crear una secuencia de análisis.

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con .
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestra La ocupación del rack de muestras solo debe efectuarse con números ascendentes. Sin embargo, no tiene que ser ininterrumpida.
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares de calibración o estándar AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Equipar el automuestreador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con el botón .

- ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.

12. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

- ✓ El analizador comienza con el procesamiento de la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.
- El receptor de navetas recibe la **naveta 1** del rack de muestras y la coloca en el gancho de cerámica
- El gancho de cerámica desplaza la naveta hasta el reactor TIC. Cuando la naveta ha alcanzado la posición bajo la cánula de cerámica comienza la adición de ácido de manera automática. Se va añadiendo ácido a toda la muestra durante el lento desplazamiento del avance de navetas.
- El gas de medición con el TIC purgado es conducido a través del proceso de secado y limpieza del gas de medición del módulo de materia sólida TIC automático hasta el detector en el módulo C/S.
- Después, la **naveta 1** es retirada del reactor TIC y colocada en el riel de descarga.
- El automuestreador toma la **naveta 2** con la misma muestra del rack de muestras y la coloca directamente en la zona caliente del horno. Allí se produce la combustión en corriente de oxígeno. De esta manera se determina el contenido total de carbono (TC).
- Seguidamente se calcula la diferencia de ambos valores de medición (TC-TIC) y se arroja como resultado de TOC en el programa.

Es posible reducir la alimentación de gas en el programa multiWin durante largas pausas de medición para ahorrar oxígeno. Sin embargo, es necesario garantizar la alimentación de oxígeno a tiempo (aprox. 10 min.) antes del inicio de la medición.

6.5.5 Medición del TOC mediante determinación directa



PRECAUCIÓN

¡Durante el funcionamiento del automuestreador existe riesgo de quemadura por el contacto con la navecilla caliente y el gancho de cerámica! Después de extraerse del horno, la navecilla y el gancho se mantienen calientes por largo tiempo.



PRECAUCIÓN

¡Peligro de aplastamiento en el automuestreador! El brazo del automuestreador, la pinza y el carrusel de navecillas se mueven durante el encendido, la inicialización y la medición. Mantenga una distancia suficiente para evitar el aplastamiento de las manos.

Al equipar el automuestreador: no abra la cubierta hasta tanto el carrusel de navecillas haya dejado de moverse.



TENGA EN CUENTA

Para la medición de TOC con el módulo de materia sólida TIC automático debe utilizarse con preferencia el método diferencial. En el método directo, el tubo de combustión, la trampa de halogenuro y los detectores entran en contacto con ácido, lo cual produce desgaste.

Para expulsar el TIC de la muestra utilice solo ácido HCl. El ácido fosfórico no es indicado para la determinación directa del TOC.

Realizar una medición como se indica a continuación:

1. Llenar el recipiente de ácido con ácido clorhídrico al 10%
2. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo C/S, el módulo de materia sólida TIC automático y el FPG 48. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.
 - ✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.

No encender el módulo Cl si está presente.

3. Iniciar el programa multiWin.
4. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el comando DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.
 - Activar "C" en la lista ELEMENTS.
 - En la lista COMBUSTION TUBE, hacer clic en CERAMIC TUBE (CS) .
 - Como STATES, activar la opción SOLID.
 - Activar la opción EJECTION RAIL.
5. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
6. Cargar un método (punto del menú METHOD ► METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ► METHOD – NEW).

Seleccionar el parámetro IC/OC.


7. Después de la fase de puesta en servicio ajustar los siguientes flujos de gas:


pump	O ₂	Ar/O ₂
aprox. 1,7 l/min	2,5 l/min	1,5 l/min
corresponde a NOMINAL = 100 ± 10 en la ventana STATUS ANALYZER		





El sistema de análisis tiene ahora tiempo para acondicionarse.

Si el flujo de aspiración difiere considerablemente o se modifica posteriormente, reajustar el flujo de aspiración en la válvula "pump" del multi EA 4000.

8. Pesar la muestra en una navecilla de cerámica.
9. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].
10. Seleccionar o crear un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.
11. Crear una secuencia de análisis.

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con .
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
SAMPLING POSITION	Posición de la muestra en el rack de muestra La ocupación del rack de muestras solo debe efectuarse con números ascendentes. Sin embargo, no tiene que ser ininterrumpida.
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares de calibración o estándar AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Equipar el automuestreador. Utilizar los botones  y  para mover el rack de muestras a la posición deseada.
- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con el botón .
- ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.

12. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

- ✓ El analizador comienza con el procesamiento de la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.
- El receptor de navecillas recibe una navecilla del rack de muestras y la coloca en el gancho de cerámica

- El gancho de cerámica desplaza la navicilla hasta el reactor TIC. Cuando la navicilla ha alcanzado la posición bajo la cánula de cerámica comienza la adición de ácido de manera automática. Se va añadiendo ácido a toda la muestra durante el lento desplazamiento del avance de navicillas.
- El gas de medición con el TIC purgado es conducido a través del proceso de secado y limpieza del gas de medición del módulo de materia sólida TIC automático hasta el detector en el módulo C/S.
- La misma navicilla es introducida seguidamente a mayor profundidad en el horno para determinar el TOC (luego de eliminar el TIC) mediante la combustión en corriente de oxígeno.

6.6 Determinación del TIC con módulo de materia sólida TIC manual

6.6.1 Preparar el módulo de materia sólida TIC manual

El módulo de materia sólida TIC manual funciona solo en conexión con el módulo C/S. Allí, el gas de medición no es succionado por el detector con la bomba del equipo base, sino expulsado con ácido en sistema cerrado y conducido al detector con el gas portador (oxígeno).

1. Soltar la conexión "pump" y "analyte" entre el multi EA 4000 y el módulo C/S. (Todas las demás conexiones pueden permanecer conectadas).
2. Comprobar las mangueras, ver plan del sistema de mangueras (Fig. 38 pág. 62 y Fig. 39 pág. 63).
3. Conectar el módulo de materia sólida TIC manual con el módulo C/S:

conexiones del módulo C/S		Objetivo
"PC"	⇒	Puerto USB para la conexión con el ordenador
"scale"	⇒	balanza externa (opcional)
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica
Conexión "analyte"	⇒	Módulo TIC "analyte"
otras conexiones del módulo TIC		
"O ₂ "	⇒	Conexión de gas para oxígeno con acoplamiento rápido Ajustar la presión previa de oxígeno a 200 – 400 kPa (29 – 58 psi).
Conector para el enchufe de alimentación de red	⇒	Alimentación eléctrica



TENGA EN CUENTA

Interrumpa en todo caso la conexión "pump" entre el módulo C/S y el multi EA 4000. De lo contrario es posible que se succione ácido fosfórico a través del sistema y se dañen los detectores. Para mediciones C/S deben volverse a establecer las conexiones "pump".

6.6.2 Realizar la medición de TIC

Utilice para el análisis solo matraces de Erlenmeyer secas de 50 ml con esmerilado normalizado NS 29/32.

En lo posible, la muestra debería presentar una trituración fina y ser homogénea.

Además de las indicaciones de seguridad para el analizador multi EA 4000 de la sección "Indicaciones de seguridad", pág. 10, deben observarse las siguientes indicaciones especiales para el funcionamiento del módulo de materia sólida TIC manual:



PRECAUCIÓN

Tanto el recipiente del reactor como las mangueras para el suministro de ácido contienen ácido fosfórico. El ácido fosfórico irrita los ojos, la piel y las mucosas.

Dosificar lentamente con el dispensador para evitar una sobrepresión.

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



PRECAUCIÓN

Debe tenerse en cuenta lo siguiente cuando esté funcionando el mecanismo agitador magnético:

- La placa de calefacción no debe funcionar sin supervisión.
- Evitar el sobrecalentamiento del baño ácido. Limitar la temperatura a 80 °C.
- Colocar el matraz en el centro de la placa de calefacción, de tal manera que el imán no golpee la pared del matraz.
- La velocidad de agitación del imán no debe ser muy alta.

1. Llenar el recipiente de ácido con ácido clorhídrico al 40–50 %. Colocar el recipiente en el soporte de plástico en la carcasa superior.
2. Enroscar el dispensador en el recipiente. Conectar la manguera de suministro de ácido a la válvula y al cabezal TIC.
3. Encender el equipo base multi EA 4000, el módulo C/S y el módulo de materia sólida TIC manual. Asegurarse de encender el equipo base tanto a través del interruptor principal en la parte trasera como del interruptor de encendido/apagado en la parte frontal.
 - ✓ Se iluminan las lámparas indicadoras de estado en los frentes de los dispositivos.
4. Encender la placa de calefacción.


Regular la temperatura con el interruptor giratorio izquierdo de la placa de calefacción. Se recomienda regular la temperatura a aprox. 80 °C. Si se elige una temperatura muy alta, se evapora mucha agua; si la temperatura es muy baja, la reacción demorará más tiempo.
5. Iniciar el programa multiWin.
6. Cambiar entre los diferentes módulos del analizador. Para ello activar primero los sensores:
 - Seleccionar el punto DEVICE ► DEVICE – EDIT en el menú.


- Activar los ELEMENTS a analizar.
 - En la lista COMBUSTION TUBE, activar la opción CERAMIC TUBE (CS).
 - Como STATES, activar la opción SOLID.
 - Activar la opción TIC MANUAL.
7. Inicializar el sistema mediante un clic en [INITIALIZE ANALYZER].
 8. Cargar un método (punto del menú METHOD ▶ METHOD – ACTIVATE) o crear un nuevo método (punto METHOD ▶ METHOD – NEW) con los parámetros TIC (solo para determinar TIC).



En el método, en la tarjeta PROCESS, ajustar la temperatura del horno a un valor de 0 °C. De esta manera el horno de combustión no es supervisado y el analizador queda liberado para la medición.

9. Ajustar el flujo de oxígeno en la válvula a 16 l/h.
10. Pesar la muestra triturada finamente en el matraz de Erlenmeyer.

Al hacer el traspaso, la muestra no debe quedar adherida a la pared del matraz. Solo el fondo del matraz de Erlenmeyer es cubierto con ácido. Las porciones de muestra adheridas a la pared se pierden para el análisis.
11. Colocar la varilla agitadora magnética con cuidado dentro del matraz de Erlenmeyer y posicionar el matraz en el centro de la placa de calefacción.
12. Colocar el cabezal TIC en el matraz. Girar el matraz y el cabezal TIC y presionarlos ligeramente entre sí. La conexión con junta esmerilada debe ser hermética para que no se escape el gas de medición.
13. Iniciar la medición con un clic en [START MEASUREMENT].
14. Seleccionar o crear un grupo de análisis para guardar los datos de la medición.
15. Crear una secuencia de análisis.

- Agregar la cantidad deseada de muestras a la tabla de muestras con .
- Introducir los siguientes datos:

Columna	Descripción
NOMBRE	ID de muestras Con  se puede generar una ID automática de muestra.
ANALYSIS TYPE	Selección del tipo de análisis (SAMPLE, DAILY FACTOR DETERMINATION, CALIBRATION MEASUREMENT, AQA MEASUREMENT o DET. BOAT BLANK)
NOMINAL VALUE	Concentración teórica para estándares de calibración o estándar AQS
OPERANDS	Entrada del pesaje

- Hacer clic en  la línea de secuencia, para activar la línea de secuencia para el análisis. Todas las líneas de secuencia pueden activarse con el botón .
 - ✓ Las líneas de secuencia activadas para el análisis se muestran rellenas en verde.
16. Hacer clic en [START MEASUREMENT].

17. Introducir el pesaje de la muestra en [mg].
18. Esperar el mensaje de que el analizador está listo para el servicio. Antes de comenzar la medición el analizador debe estar acondicionado con oxígeno. Para ello es necesario que se suprima el aire del matraz y el sistema de mangueras y que solo llegue oxígeno al detector. Dependiendo del tamaño del matraz, esto puede tomar hasta 2 min.
 - Tras el mensaje PLEASE PRESS ,OK' TO START INTEGRATION AND THEN ADD ACID!, hacer clic en [OK].
 - En primer lugar, dosificar 2 ml de ácido fosfórico.
 - Ajustar lentamente el agitador hasta el nivel 5. La muestra no debe ser arrojada contra la pared del matraz. Por ello, evitar el movimiento brusco o muy rápido del agitador.
 - Añadir uniformemente 1-3 veces 2 ml de ácido cada vez (en función de la concentración y la cantidad de muestra).
 - Luego, cerrar la válvula en el grifo de la bomba dosificadora.

Como la liberación de CO₂ depende también de la velocidad de dosificación y de agitación del agitador magnético, mantener siempre el mismo ciclo y la mismas velocidades en cada medición.

 - ✓ El analizador comienza con el procesamiento de la secuencia de análisis. Se abre la ventana MEASUREMENT – ANALYSIS.
19. Al finalizar la medición, parar el agitador y abrir la matraz:
soltar el cabezal TIC con un movimiento giratorio. Elevar el brazo portador, moverlo hacia atrás y bloquear en esa posición.
20. Limpiar y secar el matraz.
21. Conectar un matraz de Erlenmeyer seco al cabezal de TIC durante las pausas de medición. De esta manera se mantiene el fluido de oxígeno (condicionamiento) y se libera el sistema de mangueras de restos de humedad mediante el flujo seco de gas.
22. Mantener la placa de calefacción a temperatura constante. Desconectar el regulador de temperatura solo en largas pausas de medición.

7 Mantenimiento y cuidado

Las indicaciones de mantenimiento y cuidado del analizador se describen en este capítulo por separado después de cada uno de los módulos. Observe las indicaciones aplicables a cada uno de los módulos conectados a su sistema.

7.1 Equipo base multi EA 4000

Intervalos de mantenimiento

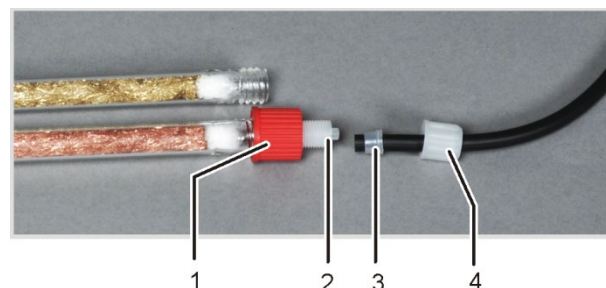
Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Limpiar y conservar el equipo	semanalmente
Comprobar que todos los tornillos de fijación estén colocados fijamente	mensualmente
Comprobar que todas las conexiones de las mangueras estén colocadas fijamente	semanalmente

7.1.1 Limpiar y conservar el equipo

- Limpiar las salpicaduras con químicos (ácidos, soluciones de electrolito) de inmediato con celulosa.
- Limpiar el equipo con un paño húmedo.
- No mojar las indicaciones de seguridad en el equipo con disolventes. Sustituir las indicaciones de seguridad dañadas.

7.1.2 Comprobar las conexiones de las mangueras

Para la conexión de las mangueras a los componentes individuales (trampa de halogenuro, tubo de secado, tubo de adsorción, etc.) se utilizan uniones roscadas de diferentes tamaños y materiales.



- 1 Tuerca de unión
- 2 Base la unión de rosca
- 3 Anillo obturador cónico
- 4 Tuerca de unión

Fig. 47 Conexión de manguera a la trampa de halogenuro

- El lado estrecho de los anillos obturadores cónicos señala hacia extremo de la manguera.
- Enrosque las uniones roscadas sin herramientas solo con la mano.

- Coloque las tuercas de unión de manera recta en la rosca y no las ladee.
- Preste atención a que las mangueras flexibles no se doblen o tuerzan.

7.2 Funcionamiento con el módulo C/S

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Comprobar si el tubo de cerámica presenta fisuras y daños visibles y cambiarlo si es necesario.	cada tres meses
Revisar y limpiar la trampa de polvo	mensualmente (en función de la combustión y la matriz de la muestra)
Comprobar el filtro de polvo y cambiar si hay suciedad visible	mensualmente (en función de la combustión y la matriz de la muestra)
Cambiar el desecante en el tubo de secado	cuando sea necesario (ennegrecimiento o apelmazamiento por absorción de humedad)
Renovar la trampa de halogenuro	cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se coloree

7.2.1 Comprobar y cambiar el tubo de cerámica



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión! Realizar el desmontaje del tubo de combustión solo cuando el equipo esté frío o cuando se haya dejado enfriar lo suficiente (preferiblemente durante toda la noche).

Desmontar el tubo de cerámica



1. Apagar el equipo base por medio del interruptor principal, retirar el enchufe de la toma de corriente y desconectar la alimentación de gas.
2. En la parte izquierda del equipo base dejar al menos 50 cm de espacio. Para ello, desplazar a un lado el módulo de detección o girarlo hacia atrás, de tal forma que quede libre la abertura hacia la trampa de polvo.
3. Retirar la protección contra el contacto de la abertura. Ahora puede verse la trampa de polvo.

4. Soltar la manguera de gas (manguera n.º 1) de la trampa de polvo.
5. Tirar suavemente de la trampa de polvo para soltarla.

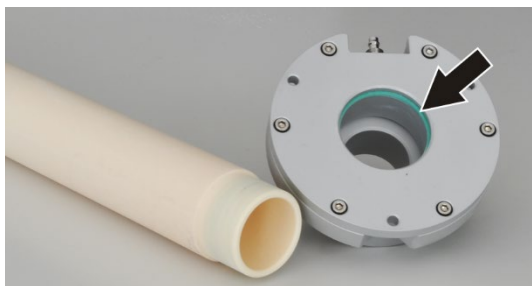
Tenga en cuenta La trampa de polvo no se puede soltar bruscamente. De ser necesario, apoyar la mano al tirar.

Puede pasar que el tubo de cerámica se suelte junto con la trampa de polvo. En tal caso, retirar la trampa de polvo con el tubo del horno cuidadosamente con un movimiento de giro.

6. Sujetar el tubo de cerámica por el extremo biselado y girarlo con cuidado para soltarlo. Tirar del tubo con cuidado con un movimiento giratorio.

7. Si el tubo de cerámica no se suelta, desatornillar la esclusa de gas en la parte derecha del equipo base. Para hacerlo, mover a un lado los accesorios (p. ej., FPG 48). Soltar los tres tornillos de hexágono interior de la esclusa.

8. Retirar el tubo de cerámica con la esclusa de gas del equipo base a través del orificio en el lado derecho.



9. Extraer la esclusa de gas del tubo de cerámica con un movimiento giratorio.
10. Comprobar si hay fisuras o partes resquebrajadas en el anillo obturador verde en la esclusa de gas (ver flecha).
11. Cambiar el anillo obturador si es necesario. Para hacerlo, extraer el anillo obturador con una pinza y sustituirlo por uno nuevo.
12. Retirar la lana de cuarzo del tubo de cerámica.

Desmontar el tubo de cerámica roto

Si se extrae el tubo de cerámica del horno sin cuidado es posible que se rompa en dos pedazos. El tubo de cerámica también puede romperse al calentarse en el horno, por ejemplo, si se producen tensiones en el tubo debido a humedad.

Si se ha roto el tubo de cerámica, solo se puede extraer del horno una parte del tubo con la trampa de polvo. La otra parte debe extraerse a través del orificio para la esclusa de gas:

1. En la parte izquierda del equipo base dejar espacio libre. Para hacerlo, mover a un lado los accesorios (automuestreador FPG 48, módulo de materia sólida TIC automático).
2. Soltar los 3 tornillos de fijación de la esclusa de gas y retirar la esclusa de gas.
3. Extraer del horno las piezas rotas del tubo de cerámica.

Tenga en cuenta Los elementos calefactores del horno no deben dañarse al extraer pedazos rotos.

Limpiar el tubo de cerámica

1. Eliminar el polvo del tubo de cerámica con aire comprimido. Eliminar los depósitos con un cepillo.
2. Lavar el tubo de cerámica con agua ultrapura y dejar secar a fondo.



TENGA EN CUENTA

Si quedan restos de humedad existe el riesgo de que el tubo de cerámica se rompa al calentar el horno. Seque bien el tubo de cerámica después de la limpieza antes de volver a usarlo.

Montar el tubo de cerámica

1. Introducir el tubo de cerámica cuidadosamente con la esclusa de gas montada en el orificio en la pared lateral derecha del equipo base. Si se siente resistencia, seguir introduciendo el tubo con un movimiento giratorio hasta el tope. El extremo biselado del tubo debe ser visible a través de la apertura en la pared lateral izquierda.
2. Atornillar fijamente la esclusa de gas al equipo base con 3 tornillos de hexágono interior. La boquilla de gas debe estar dirigida hacia la parte frontal del equipo base. Fijar la manguera de oxígeno (manguera n.º 17) a la esclusa de gas.
3. Colocar la trampa de polvo en el tubo de cerámica. Alinear la trampa de polvo de tal manera que la boquilla de gas quede hacia arriba. Presionar ligeramente la trampa de polvo contra el tubo en dirección del eje del tubo hasta que la trampa de polvo se deslice en el tubo y no pueda ser más desplazada.
4. Conectar la manguera de gas de medición (manguera n.º 1) con la boquilla de gas en la trampa de polvo.
5. Colocar la protección contra contacto de la trampa de polvo en la abertura en la pared lateral izquierda del equipo base.

6. Volver a colocar el módulo de detección y los accesorios junto al equipo base.

7.2.2 Limpiar la trampa de polvo



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión! Realizar el desmontaje de la trampa de polvo solo cuando el equipo esté frío o cuando se haya dejado enfriar lo suficiente (preferiblemente durante toda la noche).

La trampa de polvo debe limpiarse:

- cuando se han depositado grandes cantidades de polvo en el filtro de polvo
- cuando disminuye el flujo de bombeo, lo cual es señal de que existe una obstrucción

Compruebe mensualmente si el filtro de polvo en la cara frontal del equipo está sucio. De ser así, cambie el filtro de polvo y limpie la trampa de polvo.

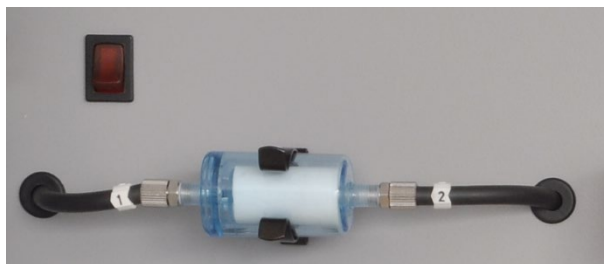
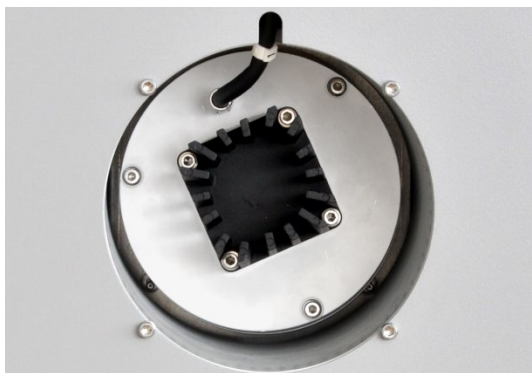


Fig. 48 Filtro de polvo



1. En la parte izquierda del equipo base dejar al menos 50 cm de espacio. Para ello, desplazar a un lado el módulo de detección o girarlo hacia atrás, de tal forma que quede libre la abertura hacia la trampa de polvo.
2. Retirar la protección contra el contacto de la abertura. Ahora puede verse la trampa de polvo.



3. Soltar la manguera de gas (manguera n.º 1) de la trampa de polvo.
4. Tirar suavemente de la trampa de polvo para soltarla.
Tenga en cuenta La trampa de polvo no se puede soltar bruscamente. De ser necesario, apoyar la mano al tirar.
5. Abrir la trampa de polvo. Para hacerlo, soltar los 3 tornillos de hexágono interior del lado de las aletas refrigeradoras.
6. Eliminar el polvo del interior de la trampa de polvo con un pincel.
7. Comprobar los 2 anillos obturadores y cambiarlos si es necesario.
8. Lavar la trampa de polvo con agua ultrapura. Al hacerlo, limpiar también la boquilla de gas, primero con agua ultrapura y luego con etanol. Dejar que la trampa de polvo se seque a fondo.
9. Volver a ensamblar la trampa de polvo.
10. Encajar la trampa de polvo en el tubo de cerámica y alinearla de tal manera que la boquilla de gas quede hacia arriba. Presionar ligeramente la trampa de polvo contra el tubo en dirección del eje del tubo hasta que la trampa de polvo se deslice en el tubo y no pueda ser más desplazada.
11. Conectar la manguera de gas de medición (manguera nº 1) con la boquilla de gas en la trampa de polvo.
12. Colocar la protección contra contacto en la abertura en la pared lateral izquierda del equipo base.
13. Volver a colocar el módulo de detección y los accesorios junto al equipo base.

7.2.3 Cambiar el desecante en el tubo de secado



PRECAUCIÓN

¡Riesgo de irritación de los ojos, la piel y las vías respiratorias! Al manipular perclorato de magnesio use medios de protección corporal adecuados y evite la formación de polvo al rellenar. Mantenga el perclorato de magnesio alejado de cualquier llama. El agente oxidante puede hacer más fuerte un incendio.

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

- Medición de C/S en el equipo base multi EA 4000

- Medición de TIC en los módulos de materia sólida TIC correspondientes

El agente secante debe ser cambiado si se observa que ha absorbido agua. También debe ser cambiado de inmediato si cambia de color debido al hollín o a otras partículas.



- Soltar los tapones roscados en el tubo de vidrio.
Tenga en cuenta Las juntas no deben perderse y deben montarse de nuevo de la misma forma.
- Extraer el agente secante y la lana de cuarzo. Eliminar adecuadamente el agente secante.
- Lavar el tubo de vidrio y dejar secar.
- Taponar un extremo del tubo de vidrio con lana de cuarzo con aprox. 2 cm de espesor.
- Rellenar el tubo de vidrio con 50-60 g de agente secante nuevo (perclorato de magnesio).
- Enroscar fijamente el tubo de vidrio y colocarlo de nuevo en el soporte. Al hacerlo, no doblar las mangueras.

- 1, 6 Tapones roscados
- 2, 5 Clip de sujeción
- 3 Agente secante (perclorato de magnesio)
- 4 Lana de cuarzo

7.2.4 Renovar la trampa de halogenuro

Los gatillos de halogenuro se utilizan en las siguientes configuraciones de medición:

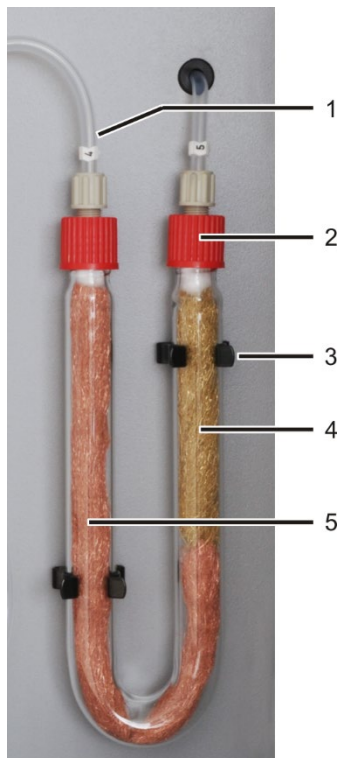
- Medición de TC en el equipo base multi EA 4000
- Medición de Cl en el módulo Cl
- Medición de TIC en los módulos de materia sólida TIC correspondientes



TENGA EN CUENTA

Se pueden producir daños en las piezas electrónicas y ópticas (detectores, sensores de flujo) provocados por productos de combustión 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, a más tardar, cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón haya cambiado de color.



- 1 Entrada de gas (manguera n.º 4)
- 2 Salida de gas (manguera n.º 5)
- 3 Pinza
- 4 Lana de latón
- 5 Lana de cobre

1. Desenroscar las tuercas de unión del tubo en U y retirar el tubo en U de las pinzas (3).
2. Extraer la lana de cobre y de latón gastada con unas pinzas o con un pequeño gancho del tubo en U.
3. Comprobar si hay fisuras en el tubo en U.

Reutilizar solo un tubo en U que esté en perfectas condiciones.

4. De ser necesario, lavar el tubo en U con agua ultrapura y dejarlo secar bien.
5. Introducir la lana de cobre y de latón nueva en el tubo en U utilizando unas pinzas o un pequeño gancho.

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.

6. Cubrir la lana de latón y de cobre con algodón.
7. Enroscar la entrada de gas (manguera n.º 4) a la rama del tubo con la lana de cobre y la salida de gas (manguera n.º 5) a la rama del tubo con la lana de latón.
8. Presionar el tubo en U relleno con cuidado en las pinzas.

7.3 Funcionamiento con el módulo CI

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Eliminar las salpicaduras de químicos de la carcasa	de inmediato
Controlar el tubo de combustión y cambiarlo de ser necesario	tras aprox. 100 horas de servicio
Limpiar la célula de medición	al menos semanalmente Recomendación: limpiar al cambiar el electrolito
Cambiar la solución de electrolito	cuando sea necesario, al menos 1 vez por día de medición

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Cambio del ácido sulfúrico	cuando el ácido sulfúrico se reduzca a menos del 70%, es decir, cuando el volumen de ácido aumente en 1/3
Renovar la trampa de halogenuro	cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se colorea
Renovar el agente de adsorción	semanalmente (cada 40 horas de servicio)

Cambiar la lana de cobre y de latón en la trampa de halogenuro de manera análoga al cambio de la trampa de halogenuro en el equipo base multi EA 4000 (→ ver sección "Renovar la trampa de halogenuro", pág. 116).

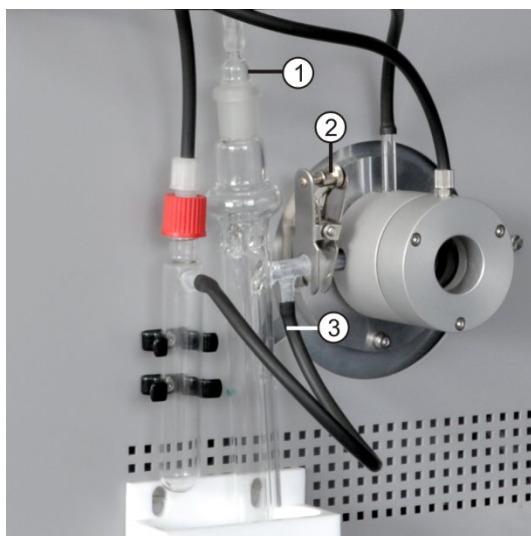
7.3.1 Cambiar el ácido sulfúrico/limpiar el recipiente de ácido sulfúrico



ADVERTENCIA

¡El ácido sulfúrico concentrado utilizado como agente secante en el recipiente de ácido sulfúrico puede causar abrasiones serias!

Use ropa protectora adecuada al trabajar con el recipiente de ácido sulfúrico.



1. Extraer la oliva de vidrio (1) del recipiente de ácido sulfúrico.
2. Si se usa un recipiente con salida separada: Extraer la manguera negra (3) del bypass del recipiente de ácido sulfúrico.
3. Sostener el recipiente de ácido sulfúrico, retirar la pinza de horquilla (2) y separar la conexión con esmerilado esférico.
4. Retirar el recipiente de ácido sulfúrico con cuidado de la bandeja colectora.
5. Eliminar el ácido sulfúrico. Al hacerlo, observar las normas sobre el manejo de ácido sulfúrico concentrado.
6. Lavar el recipiente de ácido sulfúrico con una cantidad pequeña de ácido sulfúrico nuevo. Si la suciedad es muy fuerte, lavar el recipiente de ácido sulfúrico varias veces con agua ultrapura y dejar secar por completo.
7. Llenar el recipiente de ácido sulfúrico con 12–15 ml de ácido sulfúrico concentrado y volverlo a conectar de acuerdo con la sección "Conectar el recipiente de ácido sulfúrico", pág. 85.

7.3.2 Mantenimiento/cambio del tubo de combustión de vidrio de sílice



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



ADVERTENCIA

¡El ácido sulfúrico concentrado utilizado como agente secante en el recipiente de ácido sulfúrico puede causar abrasiones serias!

Use ropa protectora adecuada al trabajar con el recipiente de ácido sulfúrico.



PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión! Antes de desmontar el tubo de combustión, dejar que el equipo se enfríe lo suficiente.

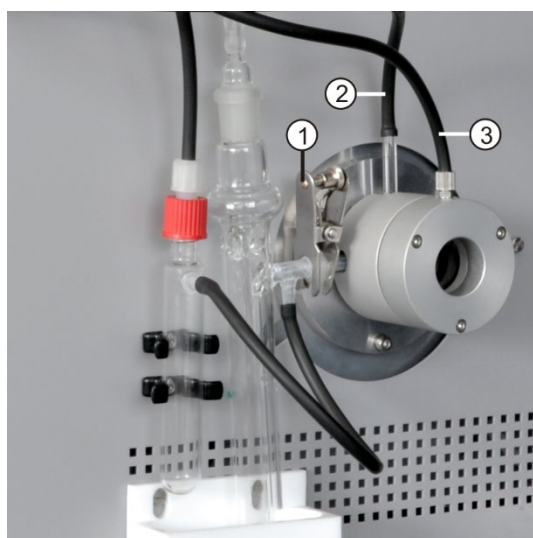


TENGA EN CUENTA

Mediante sales alcalinas (sudor en la mano) se producen cristalizaciones en el cuarzo al calentar el horno de combustión. Estas provocan una disminución de la vida útil del tubo de combustión.

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

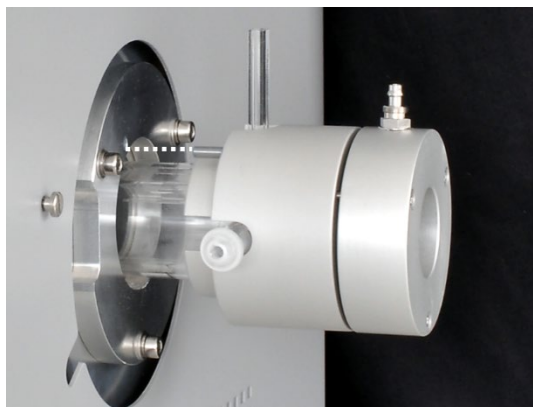
Dado el caso, limpiar por fuera el tubo de combustión con etanol antes de su colocación en el horno de combustión.



- 1 Pinza de horquilla
- 2 Boquilla para la alimentación de oxígeno
- 3 Conexión para argón

1. Apagar el equipo base por medio del interruptor principal, retirar el enchufe de la toma de corriente y desconectar la alimentación de gas.
2. Extraer la oliva de vidrio del recipiente de ácido sulfúrico.
Si se utiliza el recipiente de seguridad: Extraer la manguera negra del bypass del recipiente de ácido sulfúrico.
3. Sostener el recipiente de ácido sulfúrico, retirar la pinza de horquilla (1) y soltar la conexión con esmerilado esférico entre la salida de gas del tubo de cuarzo y el recipiente de ácido sulfúrico.
4. Retirar y vaciar el recipiente de ácido con cuidado.
5. Retirar la manguera de gas de la boquilla de entrada de gas del tubo de cuarzo (2).

Si se usa el sensor de llama: Desenroscar el sensor de llama.



6. Soltar la tuerca de unión en la conexión de argón de la esclusa de gas (3) y extraer la manguera.
7. Sujetar la esclusa de gas y extraer el tubo de cuarzo con cuidado del horno de combustión.

8. Desatornillar los tornillos de hexágono interior y desmontar la esclusa de gas.
9. Extraer la lana de cuarzo del tubo con un gancho.

10. Comprobar que el tubo de cuarzo no presente una cristalización excesiva, fisuras o desprendimientos. **Tenga en cuenta** Volver a utilizar solo tubos intactos.
11. Comprobar que los anillos obturadores en la esclusa de gas no presenten fisuras o partes resquebrajadas. Sustituir los anillos obturadores, si es necesario.
12. Lavar el tubo con agua ultrapura y dejar secar.
13. Introducir aprox. 2,5 cm de lana de cuarzo en la entrada del tubo de cuarzo y empujar la lana con un gancho hasta el extremo del tubo.
14. Volver a montar la esclusa de gas e introducir el tubo de combustión en el horno. Volver a restaurar todas las conexiones de gas (→ ver sección "Preparar el multi EA 4000 para mediciones de Cl" pág. 82).

7.3.3 Mantenimiento del electrodo combinado



TENGA EN CUENTA

Posible destrucción del electrodo combinado a causa de productos de limpieza o abrasivos.

Para la limpieza, el electrodo combinado solo debe ser lavado con etanol o agua destilada. Se prohíbe el uso de productos de limpieza agresivos o de productos abrasivos.

El secado del electrolito en el electrodo combinado puede provocar una reducción irreversible de la sensibilidad o un daño del electrodo. Por lo tanto, asegúrese de que el electrolito nunca se seque en el electrodo combinado:

- En pausas de funcionamiento cortas (de un día para otro):
Conserve el electrodo en la solución de electrolito.
- En pausas de funcionamiento de varios días de duración:
Lave el electrodo combinado con agua destilada y etanol. Sumerja el electrodo durante la noche en etanol, el cual es agitado con un agitador magnético. Seque el electrodo combinado seguidamente con celulosa y guárdelo en seco.



TENGA EN CUENTA

El electrodo combinado está compuesto por materiales de cerámica y es especialmente sensible en la zona de fusión de electrodos.

Trate el electrodo combinado con mucho cuidado. No está sujeto a garantía por tratarse de una pieza de desgaste.

La extracción de la cubierta de la célula de medición y la conexión al gas de medición pueden provocar una carga mecánica considerable si no se maneja adecuadamente y ocasionar la rotura de la conexión eléctrica del electrodo combinado.

Correcto



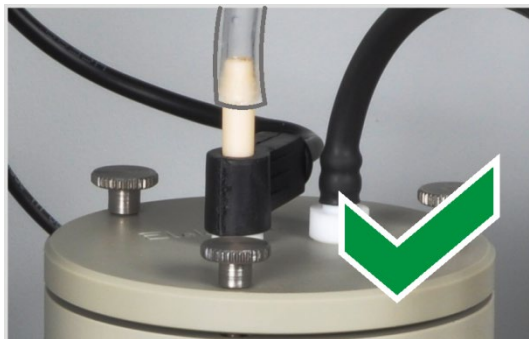
Sostenga el electrodo desde arriba y retírelo recto hacia arriba de la cubierta.

Falso



No dé tirones ni sacudidas a los manguitos de conexión de las conexiones eléctricas. Las conexiones en los manguitos se rompen (no se ve a simple vista).

Correcto



Empuje la manguera de gas de medición solo aprox. 1 cm sobre el electrodo. Con esto ya se habrá establecido la hermeticidad del gas.

Falso



Si se desliza mucho la manguera en el electrodo, se adherirá a este por succión. El electrodo podría romperse si se tira de la manguera hacia abajo.

7.3.4 Mantenimiento de la célula de medición

Se recomienda cambiar diariamente la solución de electrolito, ya que durante la medición se produce la evaporación de componentes del electrolito por la entrada de gases de reacción calientes:

1. Retirar el electrolito usado.
2. Lavar la célula de medición y la varilla agitadora magnética primero con agua destilada y luego con etanol.
3. Secar cuidadosamente la célula de medición y la varilla agitadora magnética con celulosa para eliminar posibles sedimentos de cloruro de plata.
4. Volver a llenar la célula de medición con electrolito (→ ver sección "Preparar la célula de medición" pág. 89).

Observe las siguientes indicaciones:

- Si el sistema va a dejar de funcionar durante varios días, limpie la célula de medición y guárdela en un lugar seco.
- Controle periódicamente si existen fisuras en el revestimiento de la varilla agitadora magnética. Los iones metálicos que lleguen a la solución de electrolito pueden afectar el análisis.
- Evite la penetración de líquidos en el bloque de refrigeración/agitación y en los enchufes de contacto (peligro de cortocircuito).

7.3.5 Renovar el agente de adsorción



1. Apagar el equipo base y el módulo Cl con el interruptor principal. Apagar la alimentación de gas.
2. Extraer el tubo de adsorción del soporte.
3. Desenroscar los tapones roscados del tubo de vidrio.
4. Extraer los tapones de lana y vaciar el agente de adsorción.
5. Taponar un extremo del tubo de vidrio con algodón y rellenar con el agente de adsorción.
6. Taponar el tubo de vidrio con algodón.
7. Volver a enroscar con la mano el tubo de adsorción lleno.
8. Colocar el tubo de adsorción en el soporte mediante presión.

Tenga en cuenta No torcer o doblar las mangueras.

7.4 Funcionamiento con módulo de materia sólida TIC automático

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Eliminar las salpicaduras de químicos de la carcasa	de inmediato
Limpieza del reactor TIC	diariamente, en caso de suciedad visible
Cambiar el desecante en el tubo de secado	cuando sea necesario (ennegrecimiento o apelmazamiento por absorción de humedad)
Cambiar la trampa de halogenuro	si es necesario, cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se coloree
Comprobar el filtro de polvo y cambiar si hay suciedad visible	mensualmente
Comprobar si hay daños en el serpentín de condensación	después de 3 meses
Limpiar el serpentín de condensación	según necesidad, a más tardar después de 12 meses
Comprobar si hay daños en el recipiente de condensación	después de 3 meses
Limpiar el recipiente de condensado	según necesidad, a más tardar después de 12 meses
Bomba dosificadora, sustituir la manguera de bombeo	después de 3 meses
Bomba de condensado, sustituir la manguera de bombeo	comprobar cada 3 meses sustituir cuando sea necesario, a más tardar después de 12 meses

Cambiar el desecante en el tubo de secado de la misma manera como en el equipo base multi EA 4000 (→ ver sección "Cambiar el desecante en el tubo de secado" pág. 115).

Cambiar la lana de cobre y de latón en la trampa de halogenuro también de la misma manera que en el equipo base multi EA 4000 (→ ver sección "Renovar la trampa de halogenuro", pág. 116).

7.4.1 Limpiar el reactor TIC del módulo de materia sólida TIC automático



ADVERTENCIA

¡Peligro de cortocircuito! A pesar de la baja tensión (máx. 24 V), en el horno de combustión HTS1500 se producen corrientes eléctricas muy altas. El tubo de combustión forma parte de la cubierta de componentes conductores de corriente.

¡Encienda el analizador solo si está colocado el tubo de combustión! Siempre que se realicen modificaciones y trabajos de mantenimiento en el tubo de combustión o en el horno de combustión apague el analizador por medio del interruptor principal en la parte trasera del equipo.



ADVERTENCIA

El ácido fosfórico o ácido clorhídrico utilizado para la expulsión del TIC puede provocar abrasiones severas.

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

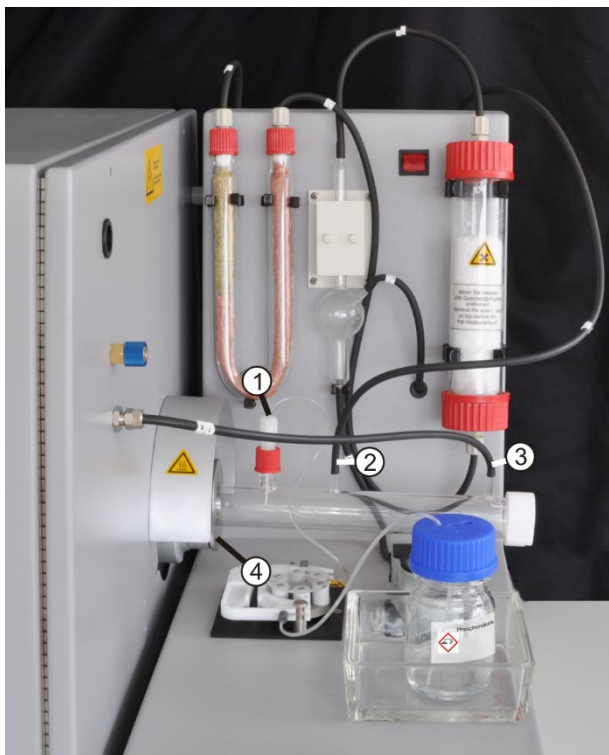


PRECAUCIÓN

¡Existe riesgo de quemadura en el horno de combustión! Deje que el equipo se enfríe suficientemente antes de desmontar el tubo de combustión.

1. Apagar el equipo base y el módulo de materia sólida TIC con el interruptor principal. Apagar la alimentación de gas.
2. Dejar enfriar el equipo suficientemente (al menos 2 h).
3. Desplazar el FPG 48 aprox. 30 cm hacia la derecha para dejar espacio libre para el desmontaje del reactor TIC.

Tenga en cuenta Sostener el reactor TIC con una mano al retirar las mangueras. Si se hace presión de un solo lado puede romperse el reactor. También es posible extraer primero el reactor del acoplamiento y luego retirar las conexiones.



4. Colocar a un lado el recipiente de ácido y la bandeja colectora. Limpiar la manguera de bombero con cuidado.
Tenga en cuenta El ácido proveniente de la manguera no debe gotear sobre el equipo.
5. Desenroscar la conexión para el suministro de ácido (1) del reactor TIC. Extraer la cánula de cerámica de la boquilla.
6. Lavar la cánula de cerámica y el anillo obturador con agua ultrapura y secar con celulosa.
Tenga en cuenta La cánula de cerámica puede romperse.
7. Extraer la manguera del gas de medición (2) y la manguera para el suministro de oxígeno (3) del reactor.
8. Aflojar el tornillo moleteado (4) en el acoplamiento del equipo base.
9. Extraer el reactor TIC del acoplamiento.

10. Comprobar si hay fisuras y desprendimientos en el reactor.

Tenga en cuenta Solo volver a usar reactores intactos.

11. Limpiar el reactor, si es necesario, con un producto de limpieza adecuado y un cepillo o celulosa.
12. Lavar el reactor con agua ultrapura y dejar secar.
13. Volver a introducir el reactor en el acoplamiento y ajustarlo apretando el anillo grafilado.
14. Ajustar las conexiones de ácido y gas en el reactor y emplazar el FPG 48 nuevamente (→ ver sección "Conectar el reactor TIC y el automuestreador" pág. 97 y "Conectar y utilizar el automuestreador" pág. 64).

7.4.2 Limpiar el serpentín de condensación

1. Apagar el equipo base y el módulo de materia sólida TIC automático mediante el interruptor principal y desconectar el enchufe del módulo de materia sólida TIC de la toma de corriente. Desconectar la alimentación de gas.
2. Desplazar a un lado el FPG 48, retirar el recipiente de ácido y la bandeja colectora y desmontar el reactor TIC.
3. Girar el módulo de materia sólida TIC de tal manera que se pueda acceder a la parte trasera.



4. Extraer las mangueras del serpentín de condensación.
5. Retirar el serpentín de condensación del soporte con cuidado.
6. Comprobar si el serpentín de condensación presenta depósitos o fisuras.
7. De ser necesario, lavar el serpentín de condensación con agua ultrapura y dejarlo secar bien.
8. Colocar nuevamente el serpentín de condensación presionándolo cuidadosamente en el soporte en la pared trasera del módulo de materia sólida TIC.
9. Conectar la manguera n.º 72 (del reactor) en la conexión superior del serpentín de condensación.
10. Conectar la manguera n.º 73 (que va al recipiente de condensación) en la conexión inferior del serpentín de condensación.
11. Volver a girar el módulo de materia sólida TIC a su posición original.

12. Volver a montar el reactor TIC y el FPG 48 (→ ver sección "Conectar el reactor TIC y el automuestreador" pág. 97 y "Conectar y utilizar el automuestreador" pág. 64).

7.4.3 Desmontaje y sustitución de la manguera de bombeo

Bomba de ácido



PRECAUCIÓN

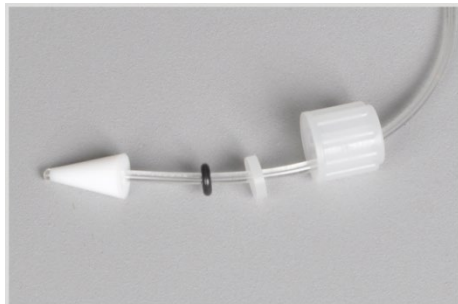
La manguera de bombeo contiene ácido fosfórico o ácido clorhídrico (según la aplicación). Los ácidos irritan los ojos, la piel y las mucosas.

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

Cambie la manguera de bombeo en la bomba de la siguiente manera:

1. Extraer la manguera del recipiente ácido. Colocar a un lado el recipiente de ácido y la bandeja colectora. Tener cuidado de que el ácido no gotee sobre el equipo.

2. Desenroscar la manguera de bombeo del reactor.
3. Abrir la caja de manguera (3 en Fig. 49) y extraer la manguera de bombeo.



4. Retirar los elementos de sellado y la tuerca de unión blanca de la manguera de bombeo desgastada.
5. Colocar los elementos de sellado en el orden indicado en la ilustración en la nueva manguera de bombeo.

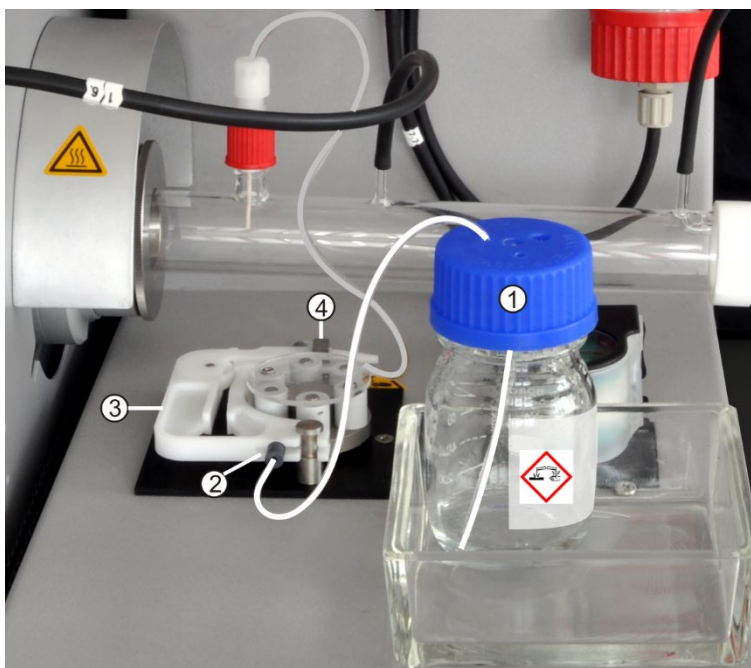


Fig. 49 Instalar las mangueras de bombeo

- | | |
|---------------------------------|--|
| 1 Recipiente de ácido fosfórico | 3 Caja de manguera |
| 2 Tope de la manguera de bombeo | 4 Conexión de manguera en el reactor TIC |

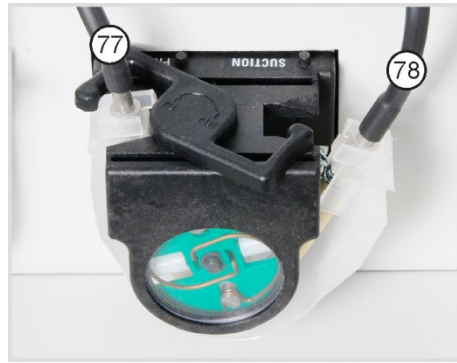
6. Sujetar la manguera de bombeo entre los dos topes de plástico (2 en Fig. 49) en la caja de manguera.
7. Introducir la caja de manguera en la bomba y hacer que encaje.
8. Enroscar la manguera de bombeo en el reactor.

Tenga en cuenta El reactor TIC puede calentarse. Instale la manguera de la bomba de manera que no toque el reactor caliente.

9. Colocar el recipiente de ácido en la bandeja colectora sobre el módulo TIC. Introducir el otro extremo de la manguera de bombeo en una abertura del recipiente de ácido.

Bomba de condensado

Compruebe la estanqueidad de la manguera de bombeo cada tres meses. Cambie la manguera de bombeo cuando sea necesario, al menos anualmente.



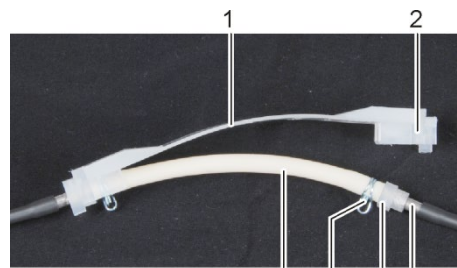
1. Llevar la manija de la bomba de condensado hacia la izquierda.
2. Extraer las mangueras n.º 77 y n.º 78 de las conexiones.

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 o fisuras.

Tenga en cuenta Si se escapa humedad de la manguera de bombeo o de las conexiones, es necesario sustituir la manguera de bombeo.

5. Limpiar el cuerpo de la bomba y el portador de rollos con agua ultrapura.
6. Comprobar que el cuerpo de la bomba y el portador de rollos no presenten abrasiones.

Tenga en cuenta Si el cuerpo de la bomba y el portador de rollos están muy afectados, informar al servicio técnico.



- | | |
|-----------------------|----------------------|
| 1 Correa | 4 Guía de mangueras |
| 2 Ranura | 5 Pinza de mangueras |
| 3 Manguitos metálicos | 6 Manguera de bombeo |

7. Presionar la manguera de bombeo nueva e intacta en la correa.

Durante el montaje, las pinzas de la manguera deben estar giradas hacia abajo.

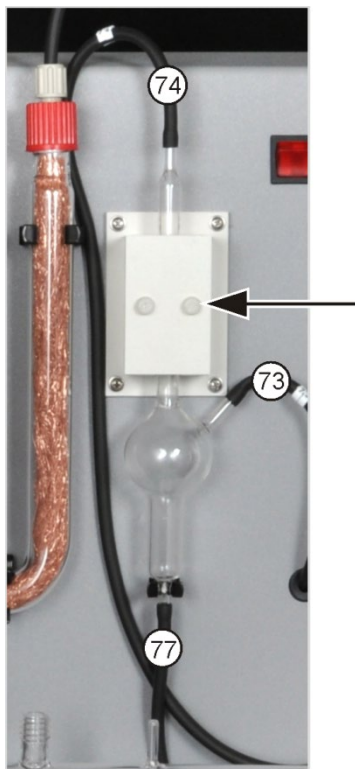
Introducir la guía de mangueras en la ranura de la correa.



8. Colocar la correa alrededor del cuerpo de la bomba.
9. Presionar la correa con una mano hacia arriba y con la otra mano girar la manija hacia la derecha hasta que quede encajada.
10. Deslizar las mangueras n.º 77 y 78 nuevamente sobre las boquillas.

7.4.4 Limpiar el recipiente de condensado

Limpiar el recipiente de condensado cuando sea necesario:



1. Soltar los 2 tornillos moleteados (flecha) en la cubierta del bloque de refrigeración y retirar la cubierta.
2. Extraer las mangueras de las conexiones del recipiente de condensado.
3. Comprobar si el recipiente de condensado presenta depósitos o fisuras.
4. De ser necesario, lavar el recipiente de condensado con agua ultrapura.
5. Fijar las mangueras (ver imagen):
 - La manguera n.º 73 (del extremo inferior del serpentín de condensación en la pared posterior) a la entrada lateral del recipiente de condensado
 - La manguera n.º 77 (a la bomba de condensado) en la salida inferior
 - La manguera n.º 74 (al recipiente de secado) en la salida superior

Al hacerlo, deslizar las mangueras aprox. 1 cm sobre las boquillas de vidrio del recipiente de condensado.

7.5 Módulo de materia sólida TIC manual

Intervalos de mantenimiento

Medida de mantenimiento	Intervalo de mantenimiento
Eliminar las salpicaduras de químicos de la carcasa	de inmediato
Limpieza del reactor TIC (matraz de Erlenmeyer)	después de cada muestra
Cambiar el desecante en el tubo de secado	cuando sea necesario (ennegrecimiento o apelmazamiento por absorción de humedad)
Renovar la trampa de halogenuro	cuando la mitad de la lana de cobre o la lana de latón se coloree
Cambiar las trampas de agua	según necesidad, a más tardar después de 3 meses

Cambiar el desecante en el tubo de secado de la misma manera como en el equipo base multi EA 4000 (→ ver sección "Cambiar el desecante en el tubo de secado" pág. 115).

Cambiar la lana de cobre y de latón en la trampa de halogenuro también de manera análoga al cambio de la trampa de halogenuro en el equipo base multi EA 4000 (→ ver sección "Renovar la trampa de halogenuro", pág. 116).

7.5.1 Limpiar el reactor TIC del módulo de materia sólida TIC manual

Lave el reactor TIC (matraz de Erlenmeyer) con agua ultrapura después de cada análisis. Séquelo después a fondo (ver también "Realizar la medición de TIC" pág. 107).

7.6 Sustitución de las trampas de agua

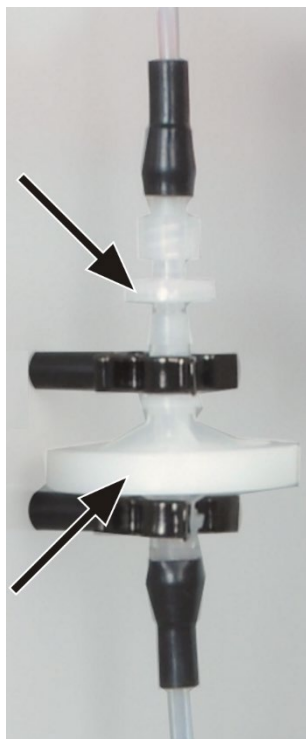


TENGA EN CUENTA

Las trampas de agua (prefiltro TC y filtro de retención de un solo uso) se pueden sustituir con 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 montan en el orden y en la dirección indicados.

Sustituir las trampas de agua dependiendo de la matriz de las muestras como se indica a continuación (sin embargo, a más tardar después de 6 meses):



1. Extraer las trampas de agua de las 2 pinzas de sujeción.
2. Soltar las conexiones de manguera de las trampas de agua. Para ello, desenroscar el adaptador Luer de la trampa de agua pequeña.
3. Ensamblar la nueva trampa de agua.

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 de un solo uso) debe señalar hacia arriba (flechas en la imagen a la derecha).

4. Enroscar la trampa de agua pequeña al adaptador Luer en la manguera n.º 9.
5. Conectar la trampa de agua grande con el conector FAST a la manguera n.º 8.
6. Presionar las trampas de agua dentro de las 2 pinzas de sujeción en la pared del equipo.

8 Eliminación de errores

8.1 Indicaciones generales

Para el análisis de errores se pueden registrar archivos de protocolo. El registro de los archivos de protocolo debería llevarse a cabo según acuerdo previo con el servicio al cliente de Analytik Jena GmbH.

- Activar el registro de los archivos de protocolo multiWin_Comm.log y multiWin_Flow.log específicos de los equipos en EXTRAS ► CONFIGURATION ► ERROR ANALYSIS. El registro del archivo multiWin_Error.log está siempre activado.
- Activar el registro del archivo de protocolo específico de multiWin multiWin_Exception.log en EXTRAS ► CONFIGURATION ► ERROR ANALYSIS.
- A través del comando HELP ► ERROR ANALYSIS, crear un archivo zip que pueda ser puesto a disposición del servicio al cliente.



TENGA EN CUENTA

Si no es posible eliminar los fallos o errores, es necesario informar siempre al servicio técnico de Analytik Jena GmbH. Esto también vale en el caso de que algunos fallos se produzcan repetidas veces. Para el diagnóstico de errores se tiene que enviar el archivo zip generado por correo electrónico al servicio técnico de Analytik Jena GmbH.

8.2 Mensajes de error en multiWin



TENGA EN CUENTA

Cables USB inadecuados o extensiones no admitidas frecuentemente causan problemas de comunicación entre el módulo de control y el ordenador. Utilice solo el cable USB suministrado por Analytik Jena GmbH. No se permite ninguna extensión de la conexión USB.

Mensaje de error									
1	<p>No reply from firmware</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Causa</th> <th>Solución</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>El módulo de control y el equipo base no están encendidos</td> <td> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Encender el módulo de control y el equipo base </td> </tr> <tr> <td>Módulo de control no conectado al ordenador</td> <td> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar conexión módulo de control – ordenador </td> </tr> <tr> <td>se ha seleccionado la interfaz incorrecta en el ordenador</td> <td> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la interfaz conectada en el ordenador ▪ De ser necesario, seleccionar otra interfaz en multiWin a través del menú [EXTRAS] ► [INTERFACE] ▪ Inicializar </td> </tr> </tbody> </table>	Causa	Solución	El módulo de control y el equipo base no están encendidos	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Encender el módulo de control y el equipo base 	Módulo de control no conectado al ordenador	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar conexión módulo de control – ordenador 	se ha seleccionado la interfaz incorrecta en el ordenador	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la interfaz conectada en el ordenador ▪ De ser necesario, seleccionar otra interfaz en multiWin a través del menú [EXTRAS] ► [INTERFACE] ▪ Inicializar
Causa	Solución								
El módulo de control y el equipo base no están encendidos	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Encender el módulo de control y el equipo base 								
Módulo de control no conectado al ordenador	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar conexión módulo de control – ordenador 								
se ha seleccionado la interfaz incorrecta en el ordenador	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la interfaz conectada en el ordenador ▪ De ser necesario, seleccionar otra interfaz en multiWin a través del menú [EXTRAS] ► [INTERFACE] ▪ Inicializar 								
2	<p>Serial port not present!</p>								

	Causa	Solución
	Problemas de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Separar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volverla a conectar tras aprox. 10 segundos ▪ Inicializar
3	Serial port not reachable!	
	Problemas de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Separar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volverla a conectar tras aprox. 10 segundos ▪ Inicializar
	Otro programa está utilizando la interfaz, p. ej. ServiceTerminal después actualización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Cerrar el otro programa
4	Unknown connection type!	
	Problemas de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Separar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volverla a conectar tras aprox. 10 segundos ▪ Inicializar
5	Error when opening the port!	
	Problemas de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Separar la conexión USB entre el módulo de control y el ordenador y volverla a conectar tras aprox. 10 segundos ▪ Inicializar
	Otro programa está utilizando la interfaz, p. ej. ServiceTerminal después actualización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Cerrar el otro programa
7	Operating system error: Unauthorized access!	
	Finalización indefinida de multiWin	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Finalizar multiWin ▪ Soltar el cable USB y volverlo a conectar tras aprox. 10 segundos ▪ Reiniciar el sistema operativo (PC) ▪ Reiniciar firmware (módulo base) ▪ Reiniciar multiWin
11	no reply to signal	
	Firmware bloqueado	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Finalizar multiWin ▪ Apagado del analizador ▪ Desconectar el cable USB entre el ordenador y el módulo de control y volverlo a conectar tras aprox. 10 segundos ▪ Reiniciar el sistema operativo (ordenador) ▪ Encender el analizador ▪ Iniciar multiWin

12	Signal echo received, check port selection	
	Causa	Solución
	Se ha seleccionado la interfaz incorrecta	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar 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	Incorrect interface protocol ID	
	Causa	Solución
	Error después de actualización (Las versiones de Firmware – multiWin no son compatibles)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Es necesaria una actualización
20	Timeout: InitEnd	
	Causa	Solución
	Se ha excedido el tiempo de espera en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Inicializar
21	Timeout: StatusBusy	
	Causa	Solución
	Se ha excedido el tiempo de espera en el funcionamiento (equipo no preparado para la medición)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
22	Timeout: End	
	Causa	Solución
	Se ha excedido el tiempo de espera al finalizar multi-Win	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
23	Timeout: StopEnd	
	Causa	Solución
	Se ha excedido el tiempo de espera en interrupción de medición	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
24	Timeout: Measurement	
	Causa	Solución
	Se ha excedido el tiempo de espera durante la medición Se ha excedido el tiempo de integración máximo	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar el analizador ▪ Comprobar la configuración del método
25	Timeout: Analyzer command processing	
	Causa	Solución
	Se ha excedido el tiempo de espera al procesar comando	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
30	Chloride needs adding	
	Causa	Solución
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Célula de medición y/o solución de electrolito contaminada ▪ Electrodo combinado defectuoso o muy envejecido 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Limpiar la célula de medición, rellenar con electrolito nuevo ▪ Utilizar nuevo electrodo
50	Firmware reset	

	Causa	Solución
	El ordenador interno (firmware) se ha reiniciado	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
52	Firmware standby	
	El firmware ha entrado en modo standby	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
61	Command from the PC not complete	
62	Command from the PC without STX	
64	Command from the PC CRC error	
65	Command from the PC invalid command	
66	Command from the PC invalid MEAS command	
67	Command MTXT from PC missing	
	Causa	Solución
	Error de comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
100	C sensor: no connection	
	Causa	Solución
	Comunicación perturbada después de que el sensor fue reconocido en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
101	C detector: CRC error	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación después de que el sensor fue reconocido en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
104	C sensor: Analog values out of range	
107	C sensor: Analog values out of range (coarse)	
	Causa	Solución
	Los valores analógicos del detector se encuentran fuera del rango de trabajo	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar calidad del gas portador ▪ Inicializar ▪ Comprobar valores analógicos en el test de componentes (mediante el punto SYSTEM ► COMPONENT TEST tarjeta C-NDIR)
106	C sensor: incorrect response to command	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Apagar y volver a encender el módulo C ▪ Inicializar
120	S sensor: no connection	
130	Cl sensor: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación después de que el sensor fue reconocido en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
120	S sensor: no connection	

	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación después de que el detector fue reconocido en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
124	S sensor: incorrect status	
	Causa	Solución
	Conmutación factor de alisamiento	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Repetir la acción
128	S sensor: inactive	
	Causa	Solución
	Fallo en la transmisión del tipo de detector	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Repetir la acción
130	Cl sensor: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación después de que el detector fue reconocido en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
131	Cl sensor: incorrect command structure	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación con el módulo de cloro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Apagar/encender el módulo de cloro ▪ Inicializar
133	Cl sensor: incorrect cell	
	Causa	Solución
	Sin inicialización después de un cambio de célula	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Inicializar
134	Cl sensor: incorrect status	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar ▪ Controlar estado de la célula de titración mediante el punto SYSTEM ► COMPONENT TEST tarjeta CL-AMP
135	Cl sensor: incorrect version	
	Causa	Solución
	Error de transmisión	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar ▪ Controlar estado de la célula de titración mediante el punto SYSTEM ► COMPONENT TEST ► CL-AMP
137	Cl sensor: check measuring cell	
	Causa	Solución
	Rutina de punto final sin éxito 3 veces	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar llenado de electrolito ▪ Comprobar electrodos

138	Cl sensor: inactive	
	Causa	Solución
	Fallo en la transmisión del tipo de detector	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Repetir la acción
139	Cl sensor: STA error	
140	Cl sensor: STA error	
	Causa	Solución
	Error en la actualización del detector de Cl	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Repetir actualización
207	Flow error	
	Causa	Solución
	El estado de flujo no está OK	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la estanqueidad, comprobar suministro de gas
208	O2 pressure missing	
	Causa	Solución
	Flujo de gas O ₂ insuficiente	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la conexión de O₂ ▪ Comprobar la presión
209	Ar pressure missing	
	Causa	Solución
	Flujo de argón insuficiente	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la conexión de argón ▪ Comprobar la presión
220	Sampler: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación después de que el automuestreador fue reconocido en la inicialización	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar
226	Sampler: runtime exceeded	
	Causa	Solución
	El mensaje de finalización del movimiento del automuestreador dura demasiado (automuestreador defectuoso)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Registrar el archivo de protocolo ▪ Informar al servicio técnico
290	Scales: no connection	
	Causa	Solución
	no hay comunicación con la balanza	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar conexión ▪ Comprobar la configuración de la balanza
291	Scales: incorrect weight unit	
	Causa	Solución
	Actualmente solo se permite unidad [g]	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Configurar la unidad gramo [g] en el menú de la balanza
300	Temperature controller: no connection	
	Causa	Solución
	Fallo en la comunicación	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Confirmar mensaje ▪ Inicializar

301	Thermocouple break	
	Causa	Solución
	Elemento térmico HTS1500 defectuoso	<ul style="list-style-type: none"> ■ Contactar con el servicio técnico
303	Temperature controller: EPROM error	
304	Temperature controller: Communication error	
	Causa	Solución
	Problema de comunicación con el equipo base	<ul style="list-style-type: none"> ■ Encender/apagar el equipo base ■ Inicializar
306	External furnace not present	
	Causa	Solución
	Equipo base no reconocido como hardware	<ul style="list-style-type: none"> ■ Comprobar la conexión entre el equipo base y el módulo de control

8.3 Indicaciones en la ventana ESTADO DE DISPOSITIVOS

En la ventana ESTADO DE DISPOSITIVOS se muestra información sobre el estado de los equipos o sobre los módulos individuales.

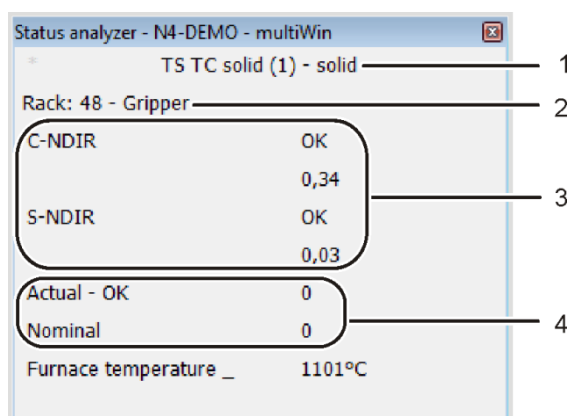


Fig. 50 Ventana STATUS ANALYZER

- | | |
|--|---|
| 1 Método | 4 Indicador de flujo (no en mediciones de CI) |
| 2 Módulo de análisis / automuestreador | 5 Indicador de temperatura |
| 3 Detección/módulo sensor | |

Los indicadores en la ventana STATUS ANALYZER están identificados con colores. Los colores tienen los siguientes significados:

Color	Descripción
negro	El estado del componente respectivo es correcto; el equipo está preparado para la medición
gris	El detector está inactivo
verde	El detector funciona bien; equipo preparado para medición (OK) o Detector ocupado; inicio de medición solo posible después de la finalización de la rutina (específico del detector)
rojo	Componente no preparado para la medición

Fase de puesta en servicio no finalizada; esperar hasta que la fase de puesta en servicio haya finalizado

Leer fallos, búsqueda de fallos, información acerca del componente respectivo en multiWin en el punto SYSTEM ► COMPONENT TEST

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

Al inicializarse se reconoce si el automuestreador FPG 48 está conectado y encendido. Si es así, se muestra el indicador RACK 48. Adicionalmente se reconoce un módulo de materia sólida TIC automático conectado y se indica con TIC (AUTOMÁTICO).

En el apartado módulo de detección se muestran todos los módulos de detección que han sido reconocidos durante la inicialización. Las siguientes indicaciones son posibles:

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

El respectivo estado del módulo de detección está identificado con colores (ver arriba). Las siguientes indicaciones de estado son posibles:

Equipo preparado para medición

Indicación	Descripción
OK (verde, negro)	Detector preparado para medición

Detector no preparado para medición – general

Indicación	Descripción
No se indica ningún detector (indicador vacío)	No se reconoce ningún detector <ul style="list-style-type: none"> ■ Encender el detector ■ Inicializar
Error de comunicación (rojo)	Fallo en la comunicación: <ul style="list-style-type: none"> ■ Apagar y encender el equipo ■ Inicializar
Sin conexión (rojo)	Fallo en la conexión: <ul style="list-style-type: none"> ■ Controlar el cable de conexión ■ Apagar y encender el equipo ■ Inicializar

Equipo no preparado para medición – C-NDIR / S-NDIR

Indicación (en rojo)	Descripción
Advertencia valores analógicos	Valores analógicos fuera de rango: <ul style="list-style-type: none"> ■ Lectura de valores mediante el punto SYSTEM ► COMPONENT TEST en la tarjeta C-NDIR, S-NDIR ■ Ver también la descripción de fallos del módulo C/S pág. 140

Fase de puesta en servicio	El detector aún no está preparado para el servicio: Esperar a que transcurra la fase de puesta en servicio (aprox. 30 min.)
Equipo no preparado para medición – CI-AMP	
Indicación (en rojo)	Descripción
Inactivo	No se reconoce ninguna célula Introducir célula
Equipo no preparado para medición – CI-AMP	
Indicación (en verde)	Descripción
Titulación con pausa	Titulación con pausa corriendo: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Es posible iniciar la medición
Rutina de punto final	Rutina de punto final corriendo: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Esperar hasta que haya finalizado la rutina de punto final

En el apartado indicación de flujo se muestra el flujo de aspiración actual (REAL) y el flujo nominal que debe alcanzarse (NOMINAL) El flujo nominal es de 100 l/h. El flujo de aspiración puede diferir ± 10 l/h del flujo nominal. Puede regular el flujo de aspiración en el rotámetro "bomba" en la parte frontal del equipo base. El indicador de temperatura muestra la temperatura actual del horno. Si el indicador de temperatura está en rojo significa que la temperatura actual del horno no coincide con la temperatura configurada en el método. En tal caso, espere hasta que se haya alcanzado la temperatura nominal o compruebe la configuración de temperatura en el método.

8.4 Errores del equipo

Pueden aparecer otros problemas no registrados por la supervisión del sistema. El inicio de la medición es posible. Tales errores se reconocen principalmente por resultados de medición extraños (problemas analíticos). A menudo se reconocen claramente desde el punto de vista técnico. Si los siguientes consejos de solución del problema no son suficientes, es necesario ponerse en contacto con el servicio técnico.

8.4.1 Equipo base

Error	
El horno no calienta	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avería en el sistema eléctrico ▪ Elemento calefactor roto. ▪ Se ha disparado el fusible en el equipo base. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la conexión eléctrica (cable de red, cable de interfaz). ▪ Informar al servicio técnico.

El ventilador de la parte trasera del equipo no funciona

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fusible defectuoso. ▪ Sistema electrónico defectuoso. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Apagar el analizador mediante el interruptor principal. ▪ Informar al servicio técnico.

No hay flujo de aspiración en el medidor de flujo "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 entre la temperatura nominal y la real se acerque a 50 °C. Si la bomba no se enciende con una diferencia de temperatura entre la temperatura nominal y la real menor de 50 °C, contactar con el servicio técnico.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mangueras desconectadas. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar si el sistema de mangueras está acodado o aplastado.

8.4.2 Módulo C/S**multiWin: error de flujo****Flujo de has de medición IST < 90 l/h o >110 l/h**

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ No hay flujo de aspiración o es muy bajo 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Con la bomba de aspiración encendida, corregir el flujo de aspiración en el regulador de flujo "pump" en el módulo base. ▪ Comprobar si el sistema de mangueras está acodado o aplastado.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Agente secante muy húmedo o apelmazado. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Cambiar el agente secante.

multiWin: error de flujo**Flujo de gas de medición ACTUAL = 0**

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ No hay flujo de aspiración. ▪ La bomba no está encendida. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la diferencia de temperatura. ▪ Esperar a que la diferencia entre la temperatura nominal y la real se acerque a 50 K. Si la bomba no se enciende con una diferencia de temperatura entre la temperatura nominal y la real menor de 50 K, contactar con el servicio técnico.

Los valores analógicos del sistema óptico NDRI fluctúan

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fugas ▪ Configuración del detector NDRI o defectuoso ▪ No ha finalizado la estabilización del detector durante la fase de calentamiento del analizador 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Esperar a que termine la fase de calentamiento de 15 min. ▪ Si los valores analógicos no son constantes tras 1 h (mientras el oxígeno está conectado), es posible que exista una fuga. Informar al servicio técnico. ▪ Cambiar la trampa de halogenuro si hay cambios de color para proteger el detector.

multiWin: Fallo del sistema óptico, valores analógicos fuera de rango

Los valores del detector NDRI se muestran en amarillo en la ventana de estado.

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> Los valores ADU del detector NDIR difieren del valor teórico y se encuentran fuera del rango de tolerancia. <p>Nota: Es posible realizar mediciones.</p>	<ul style="list-style-type: none"> Comprobar la alimentación de oxígeno del suministro de gas. Comprobar la alimentación de oxígeno en el regulador de flujo, abrir la válvula. Comprobar el flujo de oxígeno a través del detector (mangueras) Informar al servicio técnico.

multiWin: sin conexión al sistema óptico (NDIR)

multiWin: Error de estado del sistema óptico

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> Error de comunicación Detector NDIR defectuoso 	<ul style="list-style-type: none"> Vuelva a iniciar el equipo. Informar al servicio técnico.

La lámpara de control no se enciende

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> El programa interno no se ha iniciado. 	<ul style="list-style-type: none"> Reinicie el ordenador interno con el interruptor principal del módulo.

**TENGA EN CUENTA**

Los valores ADU del detector 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.

8.4.3 Módulo CI**TENGA EN CUENTA**

Para evitar errores es necesario tener en cuenta:

- Conectar la célula de medición con varilla agitadora (rellena con el 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 CI

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> No hay comunicación entre el ordenador interno y el coulómetro. Módulo CI no encendido. 	<p>Tener en cuenta el orden de encendido:</p> <ol style="list-style-type: none"> Encender el equipo base. Encender el módulo CI. Esperar aprox. 3 min., hasta que el coulómetro se comunique con el ordenador interno. Iniciar el software multiWin.

<ul style="list-style-type: none"> ▪ Cable de conexión no conectado o defectuoso. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar la conexión del cable
multiWin: configuración de instrucciones incorrecta del sensor CI	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avería en la transferencia de datos del coulómetro – ordenador interno 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Volver a inicializar el analizador. ▪ Informar al servicio técnico.
multiWin: Error de indicación	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Conector del electrodo no conectado. ▪ Electrodo defectuoso. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Conectar el electrodo y volver a inicializar el equipo. ▪ Cambiar el electrodo defectuoso. ▪ Informar al servicio técnico.

8.5 Error en la comunicación del equipo

El software no reacciona.	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ordenador colgado 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Apagar por completo el analizador, incl. el equipo base, la impresora, el cargador de muestras y el ordenador externo, y volver a iniciar 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 no encendido ▪ multiWin iniciado demasiado pronto ▪ Módulo con ordenador interno no conectado al PC ▪ Interfaz COM incorrecta seleccionada en multiWin 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Encender el módulo ▪ Comprobar la conexión entre el ordenador interno y el PC ▪ Iniciar multiWin solo después de que el indicador LED LOCK IN esté encendido ▪ Comprobar la interfaz conectada en el ordenador externo y la interfaz configurada en multiWin (comando del menú EXTRAS ► INTERFACE)
En funcionamiento del equipo junto con el error	
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. ▪ Si se vuelve a producir, observar el momento en el que se presentó el error (línea de estado) e informar al servicio técnico.
multiWin: Error de comunicación – Conjunto de órdenes incorrecto entre ordenador y equipo	
Causa	Solución
<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 al controlador de temperatura

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Equipo base no encendido. ▪ Cable de interfaz entre el módulo con el ordenador interno y el equipo base no conectado o defectuoso. ▪ Controlador de temperatura defectuoso. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Encender el equipo base y reiniciar multiWin 1 minuto después ▪ Comprobar la conexión del cable de interfaz

Sin conexión con el cargador de muestras

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ No hay comunicación entre el equipo base y el auto-muestreador ▪ 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 e inicializar el analizador

8.6 Problemas analíticos

8.6.1 Determinación de C/S

Recuperación muy baja en general

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Secante muy húmedo ▪ Filtro y mangueras de gas de medición con hollín ▪ Fugas 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar y cambiar el secante ▪ Comprobar y cambiar el filtro ▪ Comprobar la trampa de polvo, si está muy sucia (depósitos de partículas), limpiar la trampa de polvo ▪ Si hay fugas, comprobar los anillos obturadores en la esclusa de gas y en la trampa de polvo; si hay fisuras o partes resquebrajadas, cambiar anillos obturadores

Resultados irrelevantes en TS

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Trampa de halogenuro aún en flujo de gas de medición 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Sustituir la trampa de halogenuro por un tubo de vidrio vacío
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Temperatura de digestión muy baja (sobre todo en la forma de enlace sulfatada) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Aumentar la temperatura del horno en el método, en caso de que la curva de medición S se vea muy irregular o presente un tailing largo y no descienda hasta la línea básica. ▪ Eventualmente, añadir aditivos (p. ej., fosfato de hierro, óxido de wolframio, pentóxido de vanadio, estaño.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Suciedad en las mangueras que llevan el gas de medición hasta el sistema óptico 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Desmontar las mangueras hasta el sistema óptico NDIR, limpiar, secar y volver a montar. Recomendamos encargar la limpieza de las mangueras al servicio técnico.

Resultados demasiado altos en el TC

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ El tubo de combustión presenta una fisura o está roto. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ A través de una fisura puede penetrar aire en el sistema, lo cual puede conducir a resultados considerablemente altos de TC. Sustituir el tubo de combustión.

Desviación de la línea básica

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Detector no estable 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ El detector debe estabilizarse durante la fase de calentamiento del equipo. Por este motivo, al comenzar la medición puede suceder que la línea básica se desvíe un poco (dependencia de la temperatura). La superficie pico modificada por la desviación se corrige automáticamente, de tal manera que esto no incide en los resultados de la medición. ▪ Si la desviación no disminuye, informar al servicio técnico.

8.6.2 Determinación de Cl

**TENGA EN CUENTA**

Para evitar errores es necesario tener en cuenta:

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

Recuperaciones muy bajas (factor de separación > 1,4)

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ácido sulfúrico muy diluido 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar el ácido sulfúrico y cambiarlo.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Componentes o mangueras de gas de medición con hollín 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Comprobar suciedad en el tubo de combustión. Limpiar el tubo de combustión mediante el quemado de los depósitos con un quemador Bunsen o en el horno de mufla a 1000 °C. Cambiar los tubos que presenten mucha suciedad. ▪ Cambiar la lana de cuarzo en el tubo de combustión. ▪ Comprobar si hay hollín en el recipiente de ácido sulfúrico. Si han penetrado partículas hasta el recipiente de ácido sulfúrico, limpiar el recipiente y la boquilla en la salida del tubo del horno y volver a llenar el recipiente.

Recuperaciones muy altas (factor de separación < 0,6)

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Depósitos de muestras en el tubo de combustión (p.ej., sales) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Cambiar o limpiar el tubo de combustión, p.ej., mediante el "remojo" del tubo de combustión durante la noche en HNO₃ al 10%, luego lavarlo a fondo con agua destilada y secarlo.

Punto de trabajo por debajo de 1500

Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Electrodo combinado defectuoso o muy envejecido 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Utilizar nuevo electrodo para la determinación de cloruro

8.6.3 Determinación del TIC (módulo de materia sólida TIC automático)

Resultados irrelevantes	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pesaje seleccionado muy alto 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ El pesaje no debe superar los 50 mg, pues de lo contrario, la cantidad de ácido dosificado (400 µl) no es suficiente para descomponer por completo el carbonato o la cantidad de ácido no puede humedecer la muestra por completo.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ La muestra no está distribuida uniformemente a lo largo de la navecilla 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ La muestra debe estar distribuida uniformemente para que pueda ser humedecida con el ácido por completo.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Acidez muy baja (desarrollo largo de la curva de medición, curva de medición no retorna a la línea básica) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Si la muestra contiene grandes cantidades de carbonatos extremadamente estables (p. ej. FeCO_3), la velocidad de descomposición es muy lenta con H_3PO_4 al 40%. Luego recurrir a ácidos más fuertes (p. ej., HCl al 25%). Tenga en cuenta No utilizar HCl permanentemente.
Valores de medición dispersos	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ La muestra no está distribuida uniformemente a lo largo de la navecilla 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ La muestra debe estar distribuida uniformemente para que pueda ser humedecida con el ácido por completo.
<ul style="list-style-type: none"> ▪ La matriz de muestra es hidrófoba 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Si es muy difícil humectar la muestra con ácido, es conveniente cubrir la muestra con arena de sílice recocida para mejorar el efecto de los ácidos. ▪ En ocasiones es mejor la humectación del ácido clorhídrico que la del ácido fosfórico. Tenga en cuenta No utilizar HCl permanentemente.

8.6.4 Determinación del TIC (módulo de materia sólida TIC manual)

Resultados irrelevantes	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Acidez muy baja (desarrollo largo de la curva de medición, la curva de medición no retorna a la línea básica con tiempo de integración máx. de 600 s) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Si la muestra contiene grandes cantidades de carbonatos extremadamente estables (p. ej. FeCO_3), la velocidad de descomposición es muy lenta con H_3PO_4 al 40%. Luego recurrir a ácidos más fuertes (p. ej., HCl al 25%). Tenga en cuenta No utilizar HCl permanentemente.

8.6.5 Mediciones en el modo de pirólisis (EC)

Resultados irrelevantes del carbono elemental (por pirólisis)	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> Se ha seleccionado un tiempo de espera muy corto para sustitución del oxígeno por el argón en el tubo de combustión 	<ul style="list-style-type: none"> El tiempo de espera después de la conmutación de suministro de oxígeno a argón debería ser de al menos 60 s.
Resultados muy elevados del carbono elemental (por pirólisis)	
Causa	Solución
<ul style="list-style-type: none"> Tiempo de pirólisis seleccionado demasiado corto 	<ul style="list-style-type: none"> El tiempo de pirólisis debe ser de mínimo 3 min. para garantizar que todos los compuestos orgánicos se descompongan y sean expulsados.
<ul style="list-style-type: none"> Temperatura de pirólisis seleccionada muy alta 	<ul style="list-style-type: none"> A temperaturas superiores a 1000 °C se va formando hollín por "coquización" de compuestos orgánicos (materia sintética), el cual es registrado en el nivel 2 como carbono elemental. La temperatura del horno óptima para mediciones con pirólisis es de 850 °C. Tenga en cuenta De ser posible, limitar el tiempo de funcionamiento de mediciones con pirólisis (con T = 850 °C), puesto que la vida útil de los elementos de calefacción se acorta.

9 Transporte y almacenamiento

9.1 Transporte

9.1.1 Preparación del analizador para el transporte



ADVERTENCIA

¡Peligro de daños a la salud debido a una descontaminación inadecuada!

Realice y documente una descontaminación apropiada antes de devolver el equipo a Analytik Jena. El protocolo de descontaminación le será entregado por el servicio técnico cuando notifique la devolución. Analytik Jena está obligada a rechazar la aceptación de equipos contaminados. El remitente puede ser responsable de los daños eventualmente causados por la descontaminación insuficiente del equipo.



PRECAUCIÓN

Peligro de quemaduras por la alta temperatura del horno. Desmonte los tubos de combustión solo cuando el equipo esté frío o cuando se haya dejado enfriar lo suficiente.



PRECAUCIÓN

Al desmontar las piezas de vidrio existe riesgo de lesiones por roturas. Desmontar todas las piezas de vidrio del analizador con mucho cuidado.



TENGA EN CUENTA

Los elementos calefactores y el cartucho del horno pueden dañarse por sacudidas durante el transporte. Por este motivo, dichas piezas del equipo deben desmontarse del multi EA 4000 antes del transporte y transportarse en un embalaje separado. La reinstalación y la nueva puesta en servicio del equipo base solo deben ser realizadas por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH o por personal cualificado y autorizado por Analytik Jena GmbH.

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 dentro del embalaje original! Cerciorarse de que todos los seguros de transporte estén montados y que el analizador esté completamente vacío.

Prepare el multi EA 4000 con sus módulos para el transporte de la siguiente manera:

1. Apagar el analizador mediante el interruptor principal en la parte trasera del equipo y dejar enfriar el dispositivo.
2. Desconectar el suministro de gas y desconectar el enchufe de la toma de corriente.
3. Desconectar todas las conexiones de la parte trasera del analizador.
4. Abrir las puertas del analizador. Vaciar el tubo de secado. Volver a colocar el tubo de secado.
5. Desenroscar las conexiones en la trampa de halogenuro y extraer la trampa de halogenuro de las pinzas. Vaciar la trampa de halogenuro.

Equipo base
multi EA 4000

6. Extraer el tubo de combustión del horno.
7. Embalar los accesorios, y en especial las piezas de vidrio, de manera que estén protegidos contra las roturas.
8. Desmontar los elementos calefactores y el cartucho del horno del multi EA 4000 y empacar dichas piezas por separado (→ ver sección "Desmontar los elementos calefactores y el cartucho del horno" pág. 149).

Módulo C/S

1. Apagar el módulo C/S con el interruptor principal.
2. Extraer el enchufe del equipo de la toma de corriente.
3. Desconectar todas las conexiones de la parte trasera del módulo.

Módulo Cl

1. Apagar el módulo Cl con el interruptor principal.
2. Extraer la célula de medición del equipo y vaciarla (→ ver sección "Mantenimiento de la célula de medición" pág. 122.)
3. Lavar y secar la célula de medición y el electrodo combinado.
4. Desenroscar y vaciar el tubo de adsorción.
5. Retirar y vaciar la trampa de halogenuro.
6. Volver a montar el tubo de adsorción vacío y el trampa de halogenuro en el módulo Cl.
7. Desconectar todas las conexiones de la parte trasera del módulo.
8. Extraer el recipiente de ácido sulfúrico y el recipiente de seguridad del equipo base multi EA 4000. Vaciar y limpiar el recipiente de ácido sulfúrico (→ ver sección "Cambiar el ácido sulfúrico/limpiar el recipiente de ácido sulfúrico" pág. 118).
9. Extraer la manguera de gas de medición (sin color) y la manguera de bypass (negra) del canal en el multi EA 4000.
10. Embalar los accesorios, y en especial las piezas de vidrio, de manera que estén protegidos contra las roturas.

Módulo de materia sólida
TIC automático

1. Apagar el módulo de materia sólida TIC con el interruptor principal.
2. Desconectar todas las conexiones de la parte trasera del módulo.
3. Desconectar el suministro de gas y desconectar el enchufe de la toma de corriente.
4. Colocar a un lado el recipiente de ácido y la bandeja colectora. Vaciar y limpiar el recipiente de ácido.
5. Desconectar las mangueras de gas y de ácido del reactor TIC. Extraer el reactor TIC. Embalar la cánula de cerámica por separado.
6. Vaciar el tubo de secado. Volver a colocar el tubo de secado.
7. Vaciar el recipiente de condensado.
8. Extraer la manguera de bombeo para ácido de la bomba de cartucho y limpiarla.
9. Retirar el serpentín de condensación del soporte con cuidado.
10. Embalar los accesorios, y en especial las piezas de vidrio, de manera que estén protegidos contra las roturas.

9.1.2 Desmontar los elementos calefactores y el cartucho del horno



ADVERTENCIA

En el interior del analizador se producen tensiones eléctricas peligrosas y corrientes elevadas. Apague el analizador para el desmontaje de los elementos calefactores y del cartucho del horno con el interruptor principal en la parte trasera del equipo y extraiga el cable de red de la toma de corriente.

Los elementos calefactores y el cartucho del horno solo deben volver a ser instalados por el servicio técnico de Analytik Jena GmbH o por personal cualificado y autorizado por Analytik Jena GmbH. La nueva puesta en servicio del equipo base también debe ser realizada por las personas mencionadas.

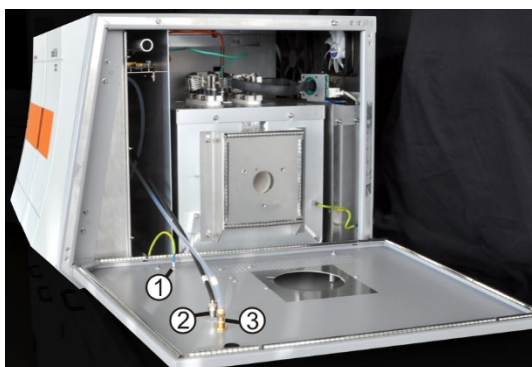


PRECAUCIÓN

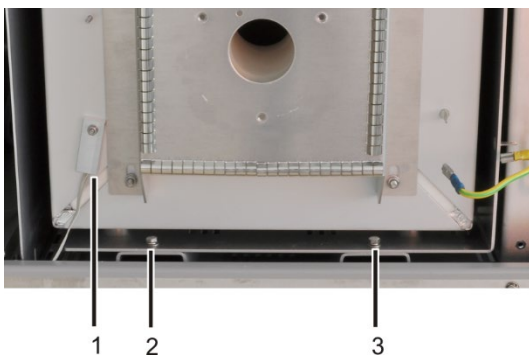
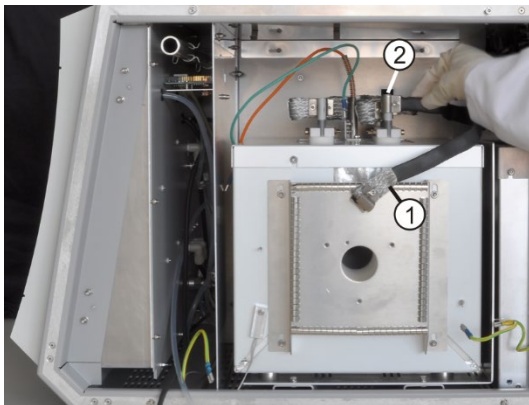
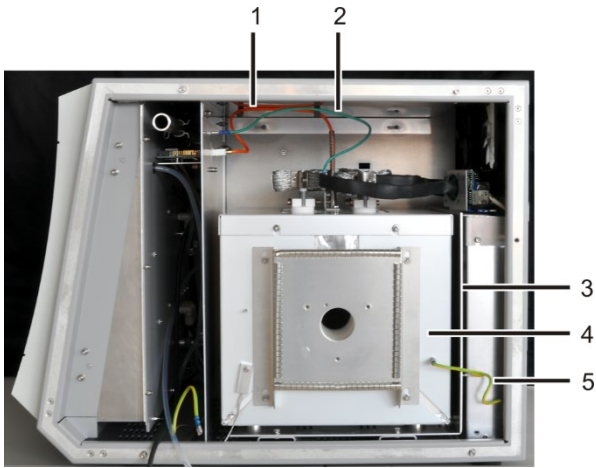
Existe riesgo de quemadura en el horno. Realizar el desmontaje solo cuando el equipo esté frío o cuando se haya dejado enfriar lo suficiente (preferiblemente durante toda la noche).

Tener precaución al abrir la pared lateral derecha. Existe peligro de lesionarse con piezas con cantos vivos.

Los elementos calefactores y el cartucho del horno de cerámica de altas temperaturas pueden dañarse por sacudidas durante el transporte. Por este motivo, las piezas del equipo deben desmontarse del equipo base antes del transporte y transportarse en un embalaje separado. Para un cambio de posición dentro del laboratorio no es necesario desmontar los elementos calefactores y el cartucho del horno.



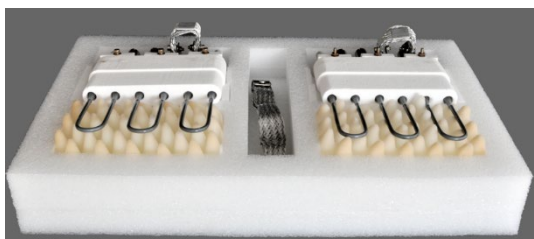
1. Si no se ha efectuado, extraer la trampa de polvo a través de la abertura en la pared lateral izquierda del equipo base.
2. Desenroscar la esclusa de gas. Extraer el tubo de combustión del horno.
3. Abrir la pared lateral derecha del equipo base. Para hacerlo, soltar los cuatro tornillos de hexágono interior. No desatornillar los tornillos por completo.
4. Soltar la conexión de tierra (1) y las dos mangueras de gas (2,3, mangueras n.º 13 y 16) del interior de la pared lateral. Retirar la pared lateral.



5. Desconectar la conexión de tierra (5) del cartucho del horno (4) y el panel de sujeción con forma de L.
6. Desconectar el cable de conexión naranja del elemento térmico (1) y el conductor de puesta a tierra verde (2) de la pared interior del equipo base.
7. Desconectar los cables eléctricos (1, 2) de los elementos calefactores. Para hacerlo, aflojar los tornillos de hexágono interior en las mallas metálicas. Extraer hacia arriba el cable con la malla metálica mediante un ligero giro en ambas direcciones.
8. Soltar los dos tornillos (2, 3) con los cuales están sujetos el cartucho del horno y el panel de sujeción al analizador.
9. Desenroscar el sensor de temperatura (1) del cartucho del horno.
10. Extraer completamente el cartucho del horno y el panel de sujeción del analizador y colocarlos en un sitio seguro.
11. Soltar la malla metálica larga (ver flecha) con la que ambos elementos de calefacción están conectados entre sí eléctricamente.
12. Para ello, soltar los tornillos de hexágono interior y extraer hacia arriba la malla metálica mediante un ligero giro en ambas direcciones.



13. Extraer con cuidado los elementos calefactores del cartucho del horno, uno después del otro.



14. Embalar ambos elementos calefactores y la malla metálica, así como el cartucho del horno en embalajes separados.

9.1.3 Indicaciones para el transporte

Tener en cuenta las instrucciones de seguridad de la sección "Indicaciones de seguridad para transporte y " pág. 12. Transportar el analizador con especial cuidado para evitar daños por choques, agitaciones o vibraciones. Para el transporte, los elementos calefactores y el cartucho del horno deben ser desmontados y embalados por separado en el embalaje de transporte. ¡De lo contrario existe riesgo de rotura!

El transporte del analizador debe llevarse a cabo de tal manera que se eviten las grandes oscilaciones de temperatura para que no se pueda formar agua de condensación en el embalaje.

9.1.4 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 recolocar al 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! Retirar, antes de colocar el analizador, todas las piezas sueltas, especialmente el recipiente de reactivo con ácido fosfórico, así como el recipiente de ácido sulfúrico.
- Desconectar todas las conexiones de suministro y los equipos complementarios del analizador. Para el transporte dentro del laboratorio no es necesario desmontar los elementos calefactores y el cartucho del horno del analizador.

- Para evitar daños contra la salud, es necesario tener en cuenta lo siguiente a la hora de recolocar (levantar y cargar) el analizador en el laboratorio:
- Por motivos de seguridad, son necesarias dos personas para transportar el analizador. Estas 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 de la sección "Requisitos generales" pág. 49 para la colocación en una nueva ubicación.

9.2 Almacenamiento



TENGA EN CUENTA

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

Solo es posible un almacenamiento del analizador en lugares climatizados. 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 deben cumplir lo siguiente:

- Rango de temperaturas: +5 °C hasta +55 °C
- Humedad del aire (máx.): del 10 al 30 %.
- Presión atmosférica: 70 kPa hasta 106 kPa

10 Eliminación

Ácido sulfúrico	El secante usado en la determinación de Cl se diluye primero con agua cuidadosamente y luego se neutraliza con sosa caustica. ¡Deben observarse las correspondientes indicaciones sobre peligros y los consejos de seguridad respectivos! Estos residuos neutralizados se tienen que eliminar de acuerdo con las disposiciones legales sobre una eliminación adecuada.
Perclorato de magnesio	El secante gastado de la determinación de C y de S es vertido en una solución de tiosulfato sódico –eventualmente bajo acidificación– para convertirlo en productos de reducción menos peligrosos. Dado el caso, es necesario eliminar los residuos neutralizados 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. Dichos recipientes se destinan a una adecuada eliminación o reutilización, de acuerdo con las disposiciones legales.
Agente de adsorción	El carbono activo utilizado para la adsorción de vapores de ácido acético debe ser eliminado de acuerdo con la normativa pública.
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.

Consumo de energía máximo	Módulo de horno HTS1500	2400 VA
	Módulo C/S	60 VA
	Módulo CI	60 VA
	Automuestreador FPG 48	30 VA
	Módulo de materia sólida TIC automático	20 VA
	Módulo de materia sólida TIC manual	415 VA
	Sistema completo	aprox. 3000 VA
Interfaz para ordenador	USB	
Condiciones ambientales		
Temperatura durante el almacenamiento	5 – 55 °C	
Temperatura durante el funcionamiento	10 – 35 °C	
Humedad durante el funcionamiento	máx. 90 % a +30 °C	
Humedad durante el almacenamiento	10 – 30 % (utilizar secante)	
Presión atmosférica	70 – 106 kPa	
Equipamiento mínimo de la unidad de control y evaluación	Sistema operativo:	Windows 7 Professional o superior
	Procesador:	Intel Core I3 o superior
	Memoria:	4 GB
	Memoria libre en el disco duro:	40 GB
	Unidad:	Unidad de CD-ROM (para la instalación)
	Resolución de la pantalla:	1024 x 768
	Interfaces	USB 2.0

Datos técnicos módulo Cl	Rango de medición (* con separación de gas de medición)	1 – 100 µg / 10 µg – 20 mg* cloro total absoluto
	Temperatura del horno	hasta 1000 °C
	Tiempo de calentamiento:	hasta 30 min.
	Tiempo de análisis	hasta 10 min. – en función del tiempo de combustión y la concentración
	Pesaje de muestra (en función de la consistencia y la matriz)	hasta 3000 mg

11.2 Normas y directivas

Clase y tipo de protección	<p>El analizador pertenece a la clase de protección I.</p> <p>La carcasa pertenece a la clase de protección IP 20.</p>
Seguridad del equipo	<p>El analizador cumple con las normas de seguridad</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ EN 61010-1. ▪ EN 61010-2-081, ▪ EN 61010-2-010, ▪ EN 61010-2-051 (para funcionamiento con módulo de materia sólida TIC manual)
Compatibilidad electro-magnética	<p>El analizador ha sido probado con respecto a las emisiones perturbadoras y a la inmunidad a las interferencias.</p> <p>Cumple los requerimientos sobre emisiones perturbadoras según</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ EN 61326-1 (EN 55011 grupo 1, clase B) <p>Cumple los requisitos de la inmunidad según la norma</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ EN 61326-1 (Requisitos para el uso en entorno CEM elemental)
Compatibilidad ambiental	<p>El analizador ha superado las pruebas de compatibilidad ambiental y cumple los requisitos de las normas</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ ISO 9022-3 ▪ ISO 9022-2
Directivas de la UE	<p>El analizador cumple con los requisitos de la directiva 2011/65/EU (RoHS II).</p> <p>El analizador se ha construido y probado conforme a normas que cumplen los requisitos de las directivas europeas 2014/35/UE y 2014/30/UE. Al salir de la fábrica, el estado del equipo es técnicamente seguro e inmejorable. Para conservar este estado y asegurar un funcionamiento sin peligro, el usuario tiene que tener en cuenta las indicaciones de seguridad y de trabajo contenidas en este manual de instrucciones. Para los accesorios y los componentes del sistema suministrados por otros fabricantes, los manuales de instrucciones correspondientes son determinantes.</p>
Directivas aplicables para China	<p>El equipo contiene sustancias reglamentadas (según la Directiva "Management Methods for the Restriction of the Use of Hazardous Substances in Electrical and Electronic Products"). Analytik Jena GmbH garantiza que, con el uso previsto del equipo, no se producirán filtraciones de estas sustancias en los próximos 25 años y que, por tanto, dentro de dicho periodo no representan ningún riesgo para el medio ambiente y la salud.</p>