

Produkte, die in diesem Handbuch erwähnt werden, sind möglicherweise Warenzeichen, die nur zu Identifikationszwecken verwendet werden.

Ausgabeprotokoll

Ausgabe	Monat / Jahr	Gültig ab Software Version		
1.0	Dezember 2001	1.30		

Alle Rechte vorbehalten.

Diese Druckschrift darf vom Empfänger nur für den vorgesehenen Zweck verwendet werden. Sie darf ohne unsere ausdrückliche, vorherige Zustimmung in keiner Weise ganz oder teilweise vervielfältigt oder in eine andere Sprache übersetzt werden.

Technische Änderungen vorbehalten.

Copyright @ 2001 Seefelder Messtechnik GmbH

ldtNr.	V73/3/01-20d
Ausgabe	1.0
Release	12.2001

Kundendienst

Wir, die SMT, möchten Ihnen den bestmöglichen Kundendienst anbieten. Falls Sie irgendwelche Fragen, Probleme oder Kommentare zum Hg-254 NE haben, würden wir uns freuen, wenn Sie sich an uns wenden. Wir empfehlen, daß alle Service - und Reparaturarbeiten am Gerät ausschließlich von unserem Kundendienst oder speziell ausgebildetem Personal durchgeführt werden. Sie erreichen uns unter der folgenden Adresse:

SMT - **S**eefelder **M**esstechnik GmbH Mühlbachstraße 20 82229 Seefeld Germany Phone: +49 (0) 8152 – 9939-0 Fax: +49 (0) 8152 – 9939-29 E-Mail: seefelder@t-online.de

Sicherheitshinweise

Vor der Installation des Gerätes lesen Sie bitte sorgfältig diese Bedienungsanweisung. Beachten Sie insbesondere die Abschnitte, die auf mögliche Gefahren hinweisen.

Elektrische Spannung

Verletzungsgefahr

- 1. Das Gerät immer mit Erdung betreiben.
- 2. Auf keinen Fall die Schutzleiter im Gerät lösen oder entfernen.
- 3. Bei eingeschalteten Gerät sind die elektrischen Anschlüsse Strom führend. Öffnen von Abdeckungen oder Entfernen von Teilen kann solche Strom führenden Bauteile freilegen.

Bei allen Arbeiten mit dem Hg-254 NE ist zu beachten:

- 1. Keine Arbeiten im Inneren des Gerätes ausführen.
- 2. Wartungs- und Reparaturarbeiten dürfen nur vom Kundendienst oder entsprechend ausgebildetem Personal durchgeführt werden.
- 3. Bei unzureichender Erdung oder beschädigtem Schutzleiter das Gerät außer Betrieb setzen und gegen unbefugte Inbetriebnahme sichern.
- 4. Die Erdung kann unzureichend sein, wenn das Gerät sichtbare Schäden aufweist; lange unter ungünstigen Bedingungen gelagert wurde (z.B. Feuchtigkeit);
- 5. Beim Transport falsch gehandhabt wurde.

Umgebung

Das Gerät darf keinesfalls in explosionsfähiger Atmosphäre betrieben werden.

Betrieb im Freien bedingt zulässig. Vor Nässe schützen

Inhaltsverzeichnis

1.1 Meßprinzip 7 1.2 Apparativer Aufbau 7 1.3 Schematischer Aufbau des Photometers 8
1.2 APPARATIVER AUFBAU
1.3 Schematischer Aufbau des Photometers 8
2. GERÄTEBESCHREIBUNG
2.1 UV-LICHTQUELLE
2.2 UV-DETEKTOR
2.3 OPTISCHE KUVETTE
2.4 MEBCOMPUTER
2.5 MEBWERTANZEIGE UND MEBWERTAUSGABE
2.0 GERATESICHERUNG
$2.7 \qquad \text{SIGNALAUSGANGE} \qquad 10$
5. DER ANALYSATOR HG-254 NE 11
3.1 BEDIEN- UND ANZEIGEELEMENTE
3.1.1 Frontseite
3.1.2 Rückseite
3.2 LIEFERUMFANG DES HG 254-NE ANALYSENSYSTEMS
3.3 ANSCHLUB DES PERLROHREINSATZES
3.4 AUBENLIEGENDE VERSCHLAUCHUNG
5.5 GERATEAUFSTELLUNG
5.0 INBETRIEBNAHME
4. ARBEITEN MIT DEM QUECKSILBERANALYSATOR HG-254 NE
4.1 PROBENVORBEREITUNG 15
4.2 BEDIENUNG DES QUECKSILBERANALYSATORS HG-254 N
4.3 MANUELLER NULLPUNKTSABGLEICH
4.4 ABGESPEICHERTE MEßwerte Anzeigen
5. SYSTEMEINSTELLUNGEN
5.1 UHRZEIT UND DATUM EINSTELLEN
5.2 SERVICE- / WARTUNGSINTERVALL
5.5 DATENAUSGABE
5.3.2 Druckernrotokoll 20
5 3 3 RS 232 Schnittstelle 21
5 3 4 Analogausgang 21
0. KALIBRIEK- UND MESSFUNKTION
6.1 KALIBRIERFUNKTION
6.1.1 Abgespeicherte Kablibrierkurven aufrufen
6.1.2 Anzeigen der gespeicherten Meßwerte der Kalibrierkurve
6.1.3 Neue Kalibrierkurven erstellen und speichern
6.2 MESSFUNKTION
0.2.1 Messungen mit dem Hg-234 NE
7. ABSORPTIONSMESSUNG
8. WARTUNG
8.1 AUSWECHSELN DES PUMPENSCHLAUCHES
8.2 Reinigen der Optischen Zelle (Küvette)
TECHNISCHE DATEN DES HG-254 NE

Kurzanleitung Hg-254 NE Inbetriebsetzen und Messen Nach dem Betätigen des Einschalters an der Rückseite des Gerätes läuft eine automatische Initialisierung ab. Auf dem Display erscheinen als Aktionsmeldungen nacheinander die Informationen: Hg-254NE F1 Waiting for lamp F2 Stabilzing F3 Zero adjust felder Messtechnik GmbH Muehlbachstr. 20 F4 D-82229 Seefeld / Obb. Aktionsmeldung -> F5 2001-07-16 18:22:02 S/N 143 Achtung: Dieser Vorgang kann eventuell MERCURY-ANALYZER bis zu 20 Minuten betragen. Bei der Abarbeitung der Sequenzen wird die frontseitig angebrachte Schlauchpumpe automatisch zu- bzw. abgeschaltet. Danach ist der Hg-254 NE eigentlich betriebsbereit. Wir empfehlen jedoch, das Gerät ca. 1 h vor der ersten eigentlichen Messung einzuschalten. Erst nach dem das System seine endgültige Betriebstemperatur erreicht hat, ist eine einwandfreie Messung möglich. Messen g-254NE **F1** Run F1 **Run Measure** Measure Measure F2 F2 Measure Results Results F3 F3 Calib Calib Seefelder Messtechnik GmbH Muehlbachstr. 20 D-82229 Seefeld / Obb. Pump **F4** F4 Pump On On Service F5 F5 Service 2001-07-16 18:22:02 S/N 143 MERCURY-ANALYZER F2 Zero Adjust Vor jedem Beginn einer Messreihe ist es sinnvoll, ein "Zero-Abgleich" durchzuführen. Drücken Sie dazu die Taste F2. F3 Calib Wählen Sie eine der gespeicherten Eichkurven C1 – C4 aus. F1 Run Measure Mit F1 kann die Analyse einer Probe nun gestartet werden. Folgen Sie interaktiv den Anweisungen auf dem Display.

1. Einführung

Der Quecksilberanalysator Hg-254 NE ist ein kompaktes UV-Photometer mit fester Wellenlänge. Es ist für den Laborbetrieb wie für den mobilen Einsatz geeignet. Dieses Gerät ist eine Weiterentwicklung des bewährten Hg-254 A und des Hg-254 N und dafür ausgelegt, ohne große Vorbereitung einsetzbar zu sein.

Der Hg-254 NE wird über eine Folientastatur bedient, wobei alle Funktionen menügesteuert aufgerufen werden. Über einen geräteinternen Computer können bis zu vier Kalibrierkurven gespeichert werden. Sie stehen für anschließende Messungen zur Verfügung. Die Quecksilberkonzentration der Probe wird direkt auf einem TFT-Monitor angezeigt. Das Signal wird zusätzlich analog oder digital ausgegeben. Möglich ist auch eine Protokollierung der Meßwerte mit einem externen Drucker.

1.1 Meßprinzip

Beim Quecksilberanalysator Hg-254 NE wird die Eigenschaft von Quecksilber genutzt, bei Raumtemperatur als einziges Element (außer den Edelgasen) in der Dampfphase einatomig vorzuliegen. Außerdem besitzt Quecksilber als einziges Metall einen merklichen Dampfdruck bei Raumtemperatur. Daher kann es ohne Atomisierungseinrichtung atomspektroskopisch gemessen werden (Kaltdampf-Atomabsorptions-Spektroskopie).

Das in der Probe enthaltene Quecksilber wird chemisch reduziert und aus der Flüssigkeit in die Gasphase ausgeblasen. Das Gas wird im Kreislauf durch eine Quarzküvette gepumpt, wobei der Quecksilberanteil des Probengases die eingestrahlte Quecksilberlinie (253,7 nm) schwächt.

Mit Hilfe dieses Meßverfahrens lassen sich ohne großen Aufwand noch zuverlässig Messungen im absoluten Spurenbereich (Bestimmungsgrenze ca. 10 ng/l) durchführen.

Die Bestimmung der Quecksilberkonzentration in Flüssigkeiten mit Hilfe dieses Kaltdampf- AAS ist ausgiebig in der (DIN) EN 1483 vom August 1997 beschrieben.

1.2 Apparativer Aufbau

Hauptbestandteile des Quecksilberanalysator Hg-254 NE sind eine Strahlungsquelle mit der Wellenlänge 253,7 nm, eine Quarzküvette, ein Photoempfänger mit Verstärker und ein integrierter Rechner. Durch den Zusatz eines Reduktionsmittels wird das ionisch vorliegende Quecksilber zu elementaren Quecksilber Hg(0) reduziert. Die frontseitig angebrachte Schlauchpumpe fördert Luft im Kreislauf durch das Reaktionsgefäß (Waschflasche). Das in der Probe enthaltene Quecksilber wird aus der Flüssigkeit ausgetrieben und geht in die Dampfphase über. Der Dampf wird im Kreislauf durch das Meßsystem gepumpt und strömt dabei durch die Quarzküvette, die vom UV-Licht (253,7 nm) durchstrahlt wird. Ein Teil der UV-Strahlung wird vom enthaltenen Quecksilber absorbiert, die Lichtintensität wird dadurch geschwächt. Ein Sensor auf der gegenüberliegenden Seite der Küvette mißt den Intensitätsverlust, dieser ist Maß für den Quecksilbergehalt der Analysenprobe. Bei kritischen Anwendungen kann die Quarzküvette beheizt werden.



1.3 Schematischer Aufbau des Photometers

- 1 Reaktionsflasche mit Perlrohr
- 3 UV-Strahler 253,7 nm
- 5 Küvette
- 7 Interferenzfilter
- 9 Anzeige/Schreiber
- 11 Regelverstärker, HF-Anregung

- 2 Schlauchpumpe
- 4 Blende
- 6 Strahlteiler
- 8 Photoempfänger
- 10 Referenzempfänger
- 12 Küvettenheizung (optional)

2. Gerätebeschreibung

2.1 UV-Lichtquelle

Als Lichtquelle wird eine elektrodenlose Quecksilber-Niederdrucklampe hoher Brennstabilität verwendet. Diese Lichtquelle wurde speziell für unsere Quecksilberanalysatoren entwickelt. Die enorme Lebensdauer der Lampe wird dadurch erreicht, daß sie im Gegensatz zu Hohlkathoden-Lampen keinerlei Innenelektroden besitzt. Zur Anregung der Strahlungsquelle wird die Wirkung eines Hochfrequenz-Feldes um den Lampenkörper ausgenutzt. Die hervorragende Konstanz dieses Hochfrequenz-Feldes und somit der emittierten Strahlung wird durch eine Regelung über einen Referenzstrahl erreicht. Die Hauptemissionslinie liegt bei 253,7 nm, sie ist extrem schmal. Zur Eliminierung einer Lampendrift infolge von Temperaturschwankungen ist der Lampenkopf thermostatisiert.

2.2 UV-Detektor

Als Empfänger wird eine UV-sensibilisierte Photodiode eingesetzt. Zusammen mit einem Vorverstärker bildet sie den UV-Detektor. Unerwünschte Nebenlinien werden durch ein schmalbandiges Interferenzfilter unterdrückt.

2.3 Optische Küvette

Die Küvette ist mit Fenstern aus SUPRASIL versehen und hat eine optische Länge von 230 mm. Die hinter der Küvette angeordnete Pumpe fördert das Probengas mit gleichmäßigem Volumenstrom durch die Küvette. In der Küvette enthaltene Quecksiberatome bewirken eine konzentrationsabhängige Schwächung des von der UV-Lampe abgegebenen Meßstrahles.

2.4 Meßcomputer

In diesem Geräteteil wird das Meßsignal zur Stabilisierung der Strahlungsquelle ausgewertet. Weiter werden hier alle Abläufe gesteuert, Kalibrierkurven und Meßwerte gespeichert und sämtliche Berechnungen (Ausgleichsgerade für die Kalibrierkurve, Ausreißertest, Konzentrationsberechnungen, Signalumformung für die Schnittstellen, Maximumerkennung, usw.) durchgeführt.

2.5 Meßwertanzeige und Meßwertausgabe

Neben der Absorption wird der Meßwert jeder gemessenen Probe digital auf dem TFT-Monitor ausgegeben. Weitere digitale Ausgaben erfolgen über die Druckerschnittstelle und die RS 232 Schnittstelle.

Das Analogsignal (4 - 20 mA bzw. 0 – 10 V) kann über ein mitgeliefertes Kabel mit BNC- Anschluß aufgezeichnet werden (z.B. mit einem Laborschreiber).

2.6 Gerätesicherung

Auf der Geräterückseite befindet sich zwischen Netzschalter und Netzanschlußbuchse das Sicherungsfach. Die Sicherung ist entsprechend den Angaben auf dem Typenschild zu verwenden.

230 V-Ausführung: T 2 A

Muß eine Sicherung ersetzt werden: Gerät ausschalten!



2.7 Signalausgänge

Die in der Geräterückwand eingebauten Ausgangsbuchsen haben folgende Steckerbelegung:

Signal:	4-20 mA oder 0-10 V, siehe Typenschild, optional BNC-Buchse, Mitte: + Plus / Außen: - Minus
Printer:	Standard Centronics Schnittstelle
RS232:	Pin Nr. 2 RxD1, Pin Nr. 3 TxD1, Pin Nr. 5 GND,
Datenübertragung:	9600 Baud, 8 Datenbit , 1 Stoppbit, kein Protokoll, keine Parity
FUSE 2A / SLOW	100 – 240 V AC / 50 – 60 Hz / Weitbereichsnetzteil
SPECIAL:	9 – polig SUB-D, ausschließlich für firmeninternen Service
Alle anderen	Für die Funktion als Hg-254 NE nicht von Bedeutung
Buchsen bzw.	
Stecker	

3. Der Analysator Hg-254 NE

3.1 Bedien- und Anzeigeelemente

Schlauchpumpe

3.1.1 F

rontseite	Ab- und Zuführung Probengas	Ho 255 NB Rind Villo Massure Seefelder Messachnik Grabit Massure De2229 Seefeld / Obb. Pump Or De2229 Seefeld / Obb. Pump Or De2229 Seefeld / Obb. Service MERCURY-ANALYZER F4 Monitor Funktionstasten Eingabetasten					
Über die	Funktionstasten F1 bis F5	der Folientastatur werden die im Display aufgezeigten Menüpunkte aufgerufen.					
Die	ENTER-Taste	dient zur Bestätigung blinkender Anzeigen.					
Über die	ESC-Taste	kann das aktuelle Menüfenster verlassen werden.					
Mit	Backspace " ◀ "	kann gegebenenfalls der Cursor zurückge- setzt werden um anschließend neue Werte einzugeben.					
Über die mit	Pfeilen "▲ ▼"	beschrifteten Tasten kann im Menü entsprechend der Pfeilrichtung geblättert werden.					

3.1.2 Rückseite



Der Hg-254 NE hat ausschließlich nur eine Netzspannungsversorgung. Die 12 V DC Versorgung über die Buchse "BATTERY OPERATION" ist bei diesem Typ nicht aktiviert. Weiterhin befinden sich auf der Rückseite der Analogausgang "ANALOG OUTPUT" (4... 20 mA bzw. 0...10 V DC) und der Druckerausgang "PRINTER". Alle hier nicht genannten D-SUB Buchsen/Stecker dienen lediglich für Servicearbeiten bzw. für Spezialanwendungen.

3.2 Lieferumfang des Hg 254-NE Analysensystems

Das vollständige Analysensystem besteht aus

- dem Quecksilber-Analysator Hg-254 NE,
- der **Reaktionsflasche** mit **Perlrohr** (nach DIN 12596)
- und der gesamten Verschlauchung zwischen Pumpe und Reaktionsflasche
- Netz- und Analogausgangskabel

Das Volumen der Reaktionsflasche einschließlich des Volumens der Verschlauchung geht über eine Systemkonstante mit in die Eichung ein. Die Schläuche sollten möglichst kurz sein, da Memory-Effekte besonders Messungen im Spurenbereich beeinflussen können. Zur Grundausstattung wird eine Reaktionsflasche mit Schliff (nach DIN 12039) und Perlrohr mitgeliefert. Für die Messungen müssen die Flüssigkeits- bzw. die Gasvolumina im Gerätekreislauf konstant bleiben. Das ausgetriebene Quecksilber befindet sich in einem Gleichgewicht mit dem gepumpten Gas und der Flüssigkeit in der Flasche. Das Gleichgewicht ist vom Gesamtvolumen des Meßsystems abhängig. Daher ist es sinnvoll, jede verwendete Flasche auszulitern und die Füllhöhe (z.B. 200 ml) zu markieren. Je nach Probenmenge können unterschiedliche Flaschen (z.B. 1 l, 250 ml, 100 ml, 50 ml) verwendet werden. Die Proben dürfen allerdings auf keinen Fall so hoch eingefüllt werden, daß Flüssigkeit bei Pumpenbetrieb aufschäumt und in den Analysator gelangt.

3.3 Anschluß des Perlrohreinsatzes

Die Pumpe dreht im sich gegen den Uhrzeigersinn, also links herum. Mit Hilfe der beiliegenden Tygon-Schläuche wird die Schlauchpumpe mit dem Perlrohreinsatz verbunden.



ACHTUNG:

Achten Sie darauf, daß der untere Anschluß des Perlrohres (freier Gaseingang) zum Ansaugfitting "**IN** " des Hg-254 NE geführt ist. Der obere Gasausgang des Perlrohres wird mit dem Pumpenausgangsschlauch (linke Seite) der Pumpe verbunden, während das linke Ende des eingelegten Pumpenschlauchs (Silikon) direkt mit dem "**OUT** "- Ausgang des Analysators verbunden ist

3.4 Außenliegende Verschlauchung

Für einen optimalen Förderdurchsatz sollte ein Silikonschlauch der Größe 8,4 x 11,2 mm von 21 cm Länge eingesetzt werden. Nach dem Lösen der Einstellschraube für den Anpressdruck des Schlauchsattels kann dieser entfernt werden. Zunächst sollte der neue Schlauch rechts "OUT" aufgesteckt und dann über die Antriebsrollen gelegt werden. Bitte achten Sie darauf , daß kein Knick zwischen der Schlauchpumpe und dem Eingangsstutzen entsteht. Auch das Wechseln des kurzen Silikonschlauches ca 2 cm mit neuen Plastikrohrwinkel ist unabdingbar. Zum Schluß sollten die beiden Feststellklammern wieder aufgesteckt werden.

3.5 Geräteaufstellung

Der Analysator sollte auf den Tragebügel bzw. die Klappfüße gestellt werden. Hierdurch wird er aus dem Naßbereich gerückt und die Schlauchführung verbessert. Zum Ablegen des Perlrohres während des Freispülvorganges kann ein Becherglas (600 - 1000 ml) verwendet werden. Besser jedoch ist eine Klemmbefestigung des Perlrohres an einem Stativ in ausreichender Höhe. Die Perlrohrflasche kann dann schnell mit einer weiteren Spannklammer untergesetzt bzw. abgenommen werden. Da im Grunde ja nur die Reaktionsflasche bewegt werden muß, ist diese Anordnung sehr praktisch. Direkte Sonneneinstrahlung und starke Temperaturschwankungen sind zu vermeiden. Sollte das Signal mit Hilfe eines analogen Laborschreibers aufgezeichnet werden, ist der beiliegende BNC-Stecker zu verwenden. Ein handelüblicher Drucker kann am Printer-Ausgang angeschlossen werden.

3.6 Inbetriebnahme

Vergewissern Sie sich bitte vor der Inbetriebnahme des Gerätes, daß die frontseitig angebrachte Schlauchpumpe frei laufen kann, wenn später die Netzversorgung angeschlossen wird. Sinnvoll ist ein Lösen bzw. ein Entfernen des Schlauchsattels um gegebenenfalls festsitzende Schläuche zu lösen.

Durch Einstecken des Netzsteckers in eine Steckdose und Einschalten des Netzschalters auf der Gehäuserückseite wird das Gerät in Betrieb genommen. Das Gerät wartet zunächst, bis die interne Hg-Lampe zündet und die Lampeneinheit ihre Betriebstemperatur erreicht hat. Danach erfolgt ein automatischer ein Nullpunktsabgleich und das Photometer geht in den "**Stand by**" – Modus.

Folgende Hinweise werden nacheinander auf dem TFT-Bildschirm angezeigt:

WAITING FOR LAMP!	Wartezeit, bis Lampe zündet.
STABILIZING!	Wartezeit, bis Betriebstemperatur erreicht ist.
ZERO ADJUST!	Automatischer Nullpunktsabgleich

Dieser Vorgang kann je nach Anfangstemperatur bis zu 20 Minuten dauern.

Achtung: Während der 1 Betriebsstunde kann das System driften. Wenn in der ersten Stunde gemessen werden soll, sollte hin und wieder ein manueller Nullpunktsabgleich (Zero Adjust) gemacht werden.

4. Arbeiten mit dem Quecksilberanalysator Hg-254 NE

4.1 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung bzw. der Probenaufschluß sind sehr stark vom zu analysierenden Probenmaterial abhängig. Zur Bestimmung von Quecksilber in Wasser und Abwasser bietet sich besonders die in DIN EN 1483 beschriebene Methode an. Für andere Probenmaterialien findet man entsprechende Vorschriften in der Literatur, sie können auch beim Hersteller angefordert werden.

4.2 Bedienung des Quecksilberanalysators Hg-254 N

Im Hg-254 NE ist ein Computer eingebaut. Alle zur Bedienung nötigen Funktionen werden über eine Folientastatur aufgerufen. Die einzelnen Programmschritte werden über ein TFT-Monitor angezeigt und können bedienerfreundlich über Menüpunkte angewählt werden. Erwartet das Programm eine Zahleneingabe (z.B. das Flaschenvolumen), so blinkt der Cursor an der entsprechenden Position.

Soll ein Menüpunkt angewählt werden, ist die entsprechende Funktionstaste der Folientastatur zu drücken.



4.3 Manueller Nullpunktsabgleich

Obwohl beim Einschalten ein automatischer Nullpunktsabgleich erfolgt, sollte nach einer Einlaufzeit von ca. 15 Minuten ein manueller Nullpunktsabgleich vorgenommen werden. Dazu wird das Perlrohr auf eine saubere Fläche abgelegt oder an einem Stativ ohne Waschflasche befestigt. Vom Hauptmenü aus rufen Sie bitte mit



F1 Run Measure das folgende Menü auf.

Mit der Funktionstaste **F3 Zero Adjust** können Sie nun den manuellen Nullabgleich anwählen.



Die Schlauchpumpe läuft automatisch an. Auf dem Display erscheint die blinkende Aktionsmeldung "Zero Adjust.". Nach etwa 20 Sekunden hält die Schlauchpumpe automatisch an und die Nullpunktseinstellung ist beendet.

Diese Prozedur sollte während der Messungen gelegentlich wiederholt werden.

4.4 Abgespeicherte Meßwerte anzeigen

Der geräteinterne Computer speichert automatisch die Messwerte der letzten 50 gemessenen Proben. Nach jeder Messung kann diese Übersicht aufgerufen werden.

Vom Hauptmenü aus können Sie mit der Funktionstaste F2 Measure Results diese Funktion aufrufen. Es erscheint folgendes Menü.



Mit den Pfeiltasten können die verschiedenen Messwertfenster angewählt werden und mit F5 OK verlassen Sie diese Option.

5. Systemeinstellungen

5.1 Uhrzeit und Datum einstellen

Diese Werte können mit folgenden Kommandos eingestellt werden:



Vom Haupt-Menü zunächst in das Service-Menü wechseln.

Danach in das Level1-Menü wechseln.

Hg-254 NE		Level 1	Toggle	F 1		F1	Toggle	
Service Interval : Reset Service : Printer :	5000 NO OFF		t	F2		F2		
Date : Time :	2001-11-25 08:32:41		ŧ	F3		F3	▼	
			ESC	F4		F4	ESC	
2000-07-16 18:	22:25		Save	F5		F5	Save	
MERCURY-ANALYZER								

Durch Anwahl der Zeilen "Date:" bzw. "Time:" und anschließender Eingabe mit Hilfe der Tastatur können die Werte verändert werden.

Abschließend mit **F5 Save** die neuen Werte speichern.

5.2 Service- / Wartungsintervall

Der Hg-254 NE verfügt über einen Betriebsstundenzähler. Mit Hilfe des Betriebsstundenzählers ist auch eine Überwachung des Wartungsintervalls möglich.

Nach Ablauf des Wartungszeitintervalls sollten gegebenfalls die Verschlauchung und die Meßpumpe gewechselt werden. Falls notwendig, ist auch eine Reinigung der Küvette zu empfehlen.

Einstellung und Rücksetzung des Wartungsintervallzeit.

Zur Einstellung des Wartungsintervalls wechseln Sie bitte vom **Haupt-Menü** ausgehend in das **Service-Menü**. Und danach in das **Level1-Menü**.



Es erscheint folgendes Menü:

Neben der Zeile "Service Interval" steht die aktuell eingestellte Wartungsintervallzeit. Diese kann von Ihnen jederzeit geändert werden. Nach Ablauf dieser Zeit meldet der Hg-254 NE mit der Meldung "Service" (gelb) den Status.

Nach Sicherstellung der Wartungsarbeiten kann der Status zurückgesetzt werden. Dazu gehen Sie bitte in die Zeile "Reset Service" und nach dem Drücken der Taste **F1 Toogle** erscheint "YES".

Jetzt sichern Sie die Eingabe mit F5 Save.

Die Serviceintervallzeit wird automatisch zurückgesetzt, und der "Next-Service-Zähler" beginnt von vorne an zu zählen.

5.3 Datenausgabe

Neben der aktuellen Datenausgabe des Meßwertes auf dem Analogausgang (0...10 V, bzw. 4...20 mA) verfügt der Hg-254 NE über eine Datenausgabe auf der RS 232 Schnittstelle und über eine Datenausgabe in Form eines Printerprotokolls über einen angeschlossenen Drucker.

5.3.1 Drucker

Falls ein Drucker angeschlossen werden soll so muß dieser im Level1 Menü aktiviert werden.

Wechseln Sie bitte vom **Haupt-Menü** ausgehend in das **Service-Menü**. Und danach in das **Level1-Menü**.



Wählen Sie die Zeile "Printer" und nach dem Drücken der Taste **F1 Toogle** erscheint "ON". Der Drucker ist aktiviert.

Jetzt sichern Sie die Eingabe mit F5 Save.

5.3.2 Druckerprotokoll

Bei den späteren Messungen von Einzelproben werden die Ergebnisse gespeichert und können manuell vom **Run Measure** Menü aus mit der Funktionstaste **F4 Get Prot.** ausgedruckt werden. Selbstverständlich wird automatisch ein Seitenvorschub initialisiert, wenn die Anzahl der Messungen eine DIN A4 Seite übersteigt.

Auf der folgenden Seite ist ein exemplarische Auszug eines Protokolls aufgezeigt:

Hg-Analysato Seefelder Me Cal. Parame Regressions Corr. Coeffic	or: Hg-254 NE; S esstechnik; Date ters: 2002-01-15 funktion: y = 0 eent: 0.99914	5/N 165; S\ 21.01.2002 09:55; Re .06051 * >	//Ver.: V1.3 2 eactor Size: < + 0.0030	80 100 ml; USER:	Curve: C1			
Cal. Point 1 Cal. Point 1 Cal. Point 1 Cal. Point 1 Cal. Point 1	: 00.00 µg/l : 01.00 µg/l : 03.00 µg/l : 05.00 µg/l : 07.00 µg/l	0.00 0.06 0.17 0.31 0.42	01 Abs. 73 Abs. 83 Abs. 60 Abs. 06 Abs.					
Measurements:								
No.	Hg-Conc. Dil. Corrected	Dilution	Hg-Conc. µg/l	Abs.	Time	Date		
0000001234 1234567890	2.54 13.61	1 10	2.54 1.35	0.1567 0.0847	10:04:19 10:16:35	23.01.2002 23.01.2002		

Das Printerprotokoll enthält alle Daten für die Archivierung der gemessenen Proben.

5.3.3 RS 232 Schnittstelle

Auch über die serielle Schnittstelle können Daten ausgelesen werden.

Ein Datensatz besteht aus einer *nicht* fixen Anzahl von Datenfeldern. Neben Datum und Uhrzeit sind die Kalibrierkurvennummer und die aktuellen gemessenen Absorbtionen angezeigt. Das letzte Datenfeld in einem Datensatz ist der gemessene Konzentration in μ g/l. Alle Datenfelder sind durch ein Semikolon voneinander getrennt.

Datum; Uhrzeit; Kurvennr.; Abs.; Abs.; Abs.; Abs.; Abs.; Hg-Konz;

Zum Beispiel folgender Datensatz:

15-02-02;10:43:07;C1;0.0202;0044.9;.....2.74{Return}

Zu erkennen ist hier die Kurvennr. 1 und der Meßwert mit 2,74 μ g/l.

5.3.4 Analogausgang

Je nach eingestellter Option hat der Hg-254 NE einen 4 .. 20 mA Stromausgang oder einen 0 ... 10 V Spannung

Auf der Rückseite des Gerätes befindet sich eine BNC-Buchse über die das Signal abgegriffen werden kann. Da es sich um ein auf der Norm EN 1483 aufgebautes System handelt, ist der Grundmeßbereich 0 10 µg/l, gleichgültig ob der Strombzw. der Spannungsausgang Verwendung findet.

6. Kalibrier- und Messfunktion

6.1 Kalibrierfunktion

Um mit dem Hg-254 NE in wässerigen Proben Hg-Konzentrationswerte zu messen, müssen zunächst Eichkurven aufgenommen werde. Diese werden mit der gleichen Analytik jedoch mit einem Hg-Standard aufgenommen.

Der Hg-254 NE speichert bis zu 4 Kalibrierkurven (**C1 bis C4**) ab, die anschließend je nach Bedarf wieder einzeln aufgerufen und werden können. Jede der Kalibrierkurven kann mit einer bis zu maximal sieben "Standard " - Messungen aufgestellt werden.

6.1.1 Abgespeicherte Kablibrierkurven aufrufen

Bereits abgespeicherte Kalibrierkurven sollen aufgerufen werden.



F1	Run Measure
F2	Measure Results
F3	Calib
F4	Pump On
F5	Service

Dazu wird aus dem Hauptmenü das Kalibriermenü mit F3 Calib angewählt.

Die aktive Kalibrierkurve ist farblich abgesetzt..



Die zuletzt eingegebene Kurve ist nach dem Einschalten des Gerätes aktiv und farblich markiert. Soll eine der anderen gespeicherten Kalibrierkurven aktiviert werden, muß diese durch die entsprechende Funktionspfeiltasten **F2** bzw. **F3** angewählt und aktiviert werden. Erfolgte noch kein Eintrag, so erscheint der Schriftzug: *No Curve*.

Dieses Menü kann nur durch die Funktionstaste **F5 Main** verlassen werden.

6.1.2 Anzeigen der gespeicherten Meßwerte der Kalibrierkurve



Vom Hauptmenü ausgehend mit der Funktionstaste **F3 Calib** gelangt man in das *Calib-Menü*. Nun können Sie mit **F1 Show Calib** sich die Daten der vorher angewählten Kalibrierkurve anzeigen lassen.

l. Draw	F1	F1	Draw Curve
Curve			
		••	
	F2	F2	
	F3	F3	
	F4	F4	
ок	F5	E5	ОК
•	ок	F2 F3 F4 ок F5	F2 F2 F3 F3 F4 F4 ок F5

Neben der Kurvenbezeichnung sind das Probenvolumen, das Datum und die Uhrzeit von der Aufnahme der Kalibrierkurve notiert.

Direkt darunter sind die Regressionsgerade und dessen Korrelation genannt. Diese sind aus den aufgenommenen Wertepaaren (x1 bis max. x7) ermittelt worden.

Weiterhin können Sie sich die die Funktion auch grafisch darstellen lassen. Dazu drücken sie die Taste **F1 Draw Curve**. Mit **F5 OK** verlassen sie das Menü.

		_		
Hg-254NE Show Cal.	Draw	F1	E1	
C1: 1000 ml 2001-11-27 13:33	Curve	l		
y = 0.08034 * x + 0.00089 Corr: 0.99999 Hg-Std. Absorb.		F2	F2	
x1: 0.00 μg/l 0.0005 x2: 5.00 μg/l 0.4020 x3: 3.00 μg/l 0.2429		F3	F3	
		F4	F4	
2001-07-16 18:22:25	ок	F5	F5	OK
MERCURY-ANAL	YZER			
	65	ShowCal		

6.1.3 Neue Kalibrierkurven erstellen und speichern

Um eine Kalibrierkuve aufzustellen, muß eine Quecksilberstandardlösung angesetzt werden. Dazu geht man üblicherweise zunächst von einer Quecksilberstandardlösung mit 1g/l Hg aus. Aus dieser Lösung wird eine Stammlösung mit einer Hg-Konzentration von 1 mg/l hergestellt:

Dazu 1 ml Standardlösung mit etwas H_2O verdünnen, einige ml HNO_3 konz. zugeben und auf 1 l mit H_2O auffüllen. Die Stammlösung hat somit eine Konzentration von 1 mg/l Hg.

Aus dieser Stammlösung können wiederum andere Stammlösung niedrigerer Konzentrationen hergestellt werden.

In die Reaktionsflasche (Waschflasche) wird eine entsprechende Menge der Stammlösung (z.B. 1 ml) eingefüllt und mit Wasser auf ein vorher festgelegtes Volumen bis zur Marke aufgefüllt. Nun wird Reduktionsmittel zugesetzt, das Perlrohr in die Flasche gesteckt und die Kalibrierung gestartet. Alle diese Schritte werden auf dem Display interaktiv gefordert. Die aktuelle Konzentration der Lösung in der Waschflasche muß auch eingegeben werden.

Ausgehend vom Calib-Menü und Auswahl der neu aufzunehmenden Kurve C1, C2, C3 oder C4 wird dann mit **F4 New Curve** der Kalibriervorgang gestartet.

Show Calib

New Curve

V

Main



Es erscheint das Menü New Curve.



Angezeigt wird Kurvennummer und als Eingabe folgt das zu messende und über die die weiteren Messungen gleichbleibende Probenvolumen.

Mit F5 OK geht es zum nächsten Menü



Falls Sie es möchten, können Sie an dieser Stelle noch einmal eine Nullpunktseinstellung vornehmen. Dies dann mit der Funktionstaste **F3 Zero Adjust**.

Starten können Sie die Aufnahme von Kalibrierwerten für die Kalibrierkurve dann mit der Funktionstaste **F2 Next Standard**.



Es folgt die Eingabe der Hg-Konzentration des vorgelegten Probevolumens. Mit anschließender Bestätigung **F5 OK**. Andernfalls verlassen Sie das Menü mit **F4 ESC**



Jetzt sollte in das zu messende Probevolumen das Reagenz (z.B. $SnCl_2$) eingebracht werden und der Reaktor mit dem Perlrohr verschlossen werden. Danach mit **F5 Enter** die Messung starten.



Die Absorptionmessung des ausgetriebenen Quecksilber steigt an und wird auf dem Monitor angezeigt. Wenn sich ein Gleichgewicht im gesamten Gasweg eingestellt hat wird die Messung beendet und folgendes Menü angezeigt.



Sie werden aufgefordert, das Perlrohr aus der Waschflasche zu entfernen, also den Reaktor zu öffnen, und dies mit **F5 Enter** zu bestätigen.



Jetzt versucht sich das System zu reinigen. Umluft wird angesaugt und die Leitungen und Küvette damit gespült. Die gemessene Absorption sinkt und muß einen Minimalwert innerhalb von 3 Minuten unterschreiten.

Zwei Fälle gilt es jetzt zu unterscheiden.

1. Der Absorptionswert sinkt unter den Minimalwert.

Es folgt die Aufforderung mit **F2 Next Standard** die Kalibrierung mit einem anderen Standard fortzusetzen, oder aber die Kalibrierung mit **F5 Cal End** zu beenden.

Nach Wunsch kann auch mit F1 Clean System durchgeführt



2. Der Absorptionswert sinkt *nicht unter den Minimalwert*.

Angeboten wird ein neues *Clean System* mit F1 Clean System oder aber die Beendigung der Kalibriermessungen mit F5 Cal End. Sinnvoll ist dann eine



mehrmalige Wiederholung von Clean System, um das System zu säubern. Erst wenn nach mehrmaligem Clean System sich keine Veränderung zeigt, sollte ein neues Zero Adjust durchgeführt werden. Wenn nun nach Aufnahme von maximal 7 Konzentrations-Standards die Kalibrierung automatisch oder durch **F5 Cal End** beendet wird erscheint folgendes Menü:

Hg-254NE Sho C1: 1000 ml 2001-11-27 13:33	w Cal. Draw Curv	۲ ^۲ F1	F1	Draw	Curve	
y = 0.01830 * x + 0.00827 Corr: 0.37075 1.00000 Hg-Std. Absorb.	Repa Poin	t F2	F2	Repe	at Point	
x1: 0.00 μg/l 0.0005 x2: 5.00 μg/l 0.4020 x3: 3.00 μg/l 0.2429	Delet Poin	t F3	F3	Delet	e Point	
	ESC	• F4	F4	ESC		
2001-07-16 18:22:25	ок	F5	F5	OK		
MERCURY-AN	ALYZE	R				
 7NewCurvk						

Alle aufgenommenen Hg-Standards mit den ermittelten Absorptionen sind tabellarisch aufgeführt. Aus diesen Wertepaaren wird die Regressionsgerade und Korrelation errechnet und angezeigt. Farblich hinterlegt ist das schlechteste Wertepaar. Die rechts neben der errechneten Korrelation stehende und farblich ebenfalls unterlegte Korrelation würde sich ergeben, wenn das schlechteste Wertepaar mit **F3 Delete Point** gelöscht würde.

Sie können alternativ aber auch eine neue Messung des ungünstigsten Punktes mit **F2 Repeat Point** wiederholen. Sie werden dann aufgefordert den zugehörigen Standard erneut zu messen.

Bitte beachten Sie, daß bei drei bis 7 Wertepaaren es immer ein schlechtestes Wertepaar gibt. Wählen Sie bitte eine für Sie ausreichende Korrelation und übernehmen Sie dann mit **F5 OK** endgültig die Kalibrierkurve.

Die Kalibrierung einer Kurve ist damit abgeschlossen und es erscheint folgendes Menü: (In diesem Fall wurde der Punkt x2 gelöscht.)



Mit F5 OK bestätigen.

6.2 Messfunktion

Mit dem Quecksilberanalysator Hg-254 NE kann Quecksilber aus flüssigen, wässrigen Proben bestimmt werden. Die Maximalkonzentration, in der das Element in der Lösung vorliegen kann, sind laut DIN EN 1483 10 µg/l. Eine darüber liegende Konzentration kann aber noch bis ca 18 µg/l gemessen werden, wenn eine Kalibrierkurve dafür aufgenommen wurde. Bei einem Füllvolumen der Waschflasche (auch Steilhalsflasche genannt) von 200 ml wird eine Bestimmungsgrenze von 10 ng/l erreicht. Wir empfehlen eine Waschflasche mit ca 150 ml Volumengröße und diese mit einem Probenvolumen von 100 ml zu benutzen.

6.2.1 Messungen mit dem Hg-254 NE

Aus dem Hauptmenü wird der Punkt F1 Run Measure aufgerufen.

<u>Hinweis:</u>

Ist keine Kalibriercurve abgespeichert erscheint die Meldung: <u>Select valid curve in Calib menue</u>.



Links oben erscheint dann die zuletzt angewählte Vergleichskurve *C1 bis C4*. Für ein genaues Messen sollte die beste Kurve für den zu erwarteten Meßwert ausgewählt werden. Dies kann man vom Hauptmenü mit **F3 Calib** veranlassen.



- F1 Clean System
- F2 Next Sample
- F3 Zero Adjust
- F4 Get Prot.
- F5 Main

Falls gewünscht können Sie an dieser Stelle noch einmal mit **F1 Clean System** eine Nullpunktskorrektur durchführen. Mit **F2 Next Sample** gelangen Sie zur Eingabe der Probennummer.

Mit F5 Main kommen Sie zum Hauptmenü zurück.

Die zuletzt gespeicherte Probennummer wird um 1 erhöht und vorgeschlagen. Sie können diesen Vorschlag bestätigen und überschreiben. Es geht weiter mit **F5 OK**.



Nun erscheint automatisch folgendes Menü. Sie werden aufgefordert den



Verdünnungsfaktor zu bestätigen oder aber ihn zu überschreiben. Bei der Druckerausgabe wird der gemessene Konzentrationswert mit dem Verdünnungsfaktor verrechnet. Die TFT-Anzeige ermittelt den gemessenen Wert in der Probenflasche.

Nach der Bestätigung mit F5 OK folgt ein Menü mit blinkender Anzeige Press ENTER!



Die Probe wird eingefüllt (kann auch vor Eingabe der Probennummer bereits erfolgen), Reagenzien zudosiert und das Reaktionsgefäß verschlossen. Durch drücken der Taste **F5 Enter** wird die Messung gestartet.

Die Schlauchquetschpumpe fördert Luft durch die Flüssigkeit. Das Quecksilber wird aus der Probe freigesetzt und durch die Quarzküvette gefördert. Während der



Messung erscheint zunächst auf dem Monitor die Extinktion (Absorbance) und am Ende der Messung die dazugehörige Konzentration. Das Ende der Messung wird akustisch gemeldet und die gemessene Konzentration im Feld rechts oben angezeigt.

Nachdem das Maximum des Signals erreicht ist, wird die Messung automatisch beendet. Es erscheint dazu die Aufforderung das Glasgefäß (Reaktor) zu öffnen und dies mit **F5 Enter** zu bestätigen.



Der Gasweg wird frei gespült und die Absorption sollte absinken. Ist die Absorption wieder gegen Null zurückgegangen, kann die nächste Probe eingegeben und gemessen werden.



Wird der Nullpunkt nach längerer Zeit nicht erreicht, erscheint das Menü "Clean System Again ". Jetzt hat man die Möglichkeit entweder diese Option zu wählen oder aber einen neuen Nullpunkt zu setzen. Sinnvoll ist aber gerade bei hohen Meßwerten



mit Clean System Again zu arbeiten, um den System die Möglichkeit der Selbstreinigung zugeben. Alternativ dazu kann man auch das System "reinigen", indem man mit den Menüpunkt **F4 Pump On** vom Hauptmenü aus wählt. Nur in dem Falle, daß man nach mehreren Zyklen nicht die Limitgrenze unterschreitet, ist eine neue Nullpunktsmessung zu empfehlen. Bei zu deutlicher bleibender Absorption sollte die Küvette und das Schlauchsystem gereinigt werden.

7. Absorptionsmessung

Soll der aktuelle Extinktionswert (Absorption) ermittelt oder die Küvette mit Luft gespült werden, kann die Pumpe aus dem Hauptmenü heraus mit **F4 Pump On** einund ausgeschaltet werden.



Neben der numerischen Anzeige der Absorption wird auch eine grafische Anzeige der letzten Meßwerte angezeigt.

Über die angezeigte aktuelle Extinktion kann z.B. beurteilt werden, in wie weit die verwendete Reaktionsflasche einschließlich der Verschlauchung mit Quecksilber kontaminiert ist.

Wie schon erwähnt, ist diese Betriebsart bestens geeignet für die Spülung des Systems mit Luft.

8. Wartung

Die Wartungsarbeiten beim Hg-254 NE beschränken sich im wesentlichen auf das wechseln der Verschlauchung. Die Außenverschlauchung sollte dabei öfters gewechselt werden als die Innenverschlauchung, zumal das Material des Pumpenschlauches Silikon ist. Dieses Material ist nicht gerade günstig in Bezug auf Hg-Absortion. Je nach Einsatzzeit sollte auch die Innenverschlauchung gewechselt werden. In diesem Fall rentiert sich auch eine Reinigung der optischen Zelle (Küvette). Das Material der Innenverschlauchung ist Tygon. Es ist von allen Schlauchmaterialien das Günstigste in Bezug auf Hg-Absorptionen.

8.1 Auswechseln des Pumpenschlauches



1. Schwenkhebel öffnen



2. Schlauchkassette entnehmen



3. passenden Schlauch einlegen



4. Schlauch straffziehen und Schlauchkassette einsetzen



5. Schwenkhebel bis zum Rastpunkt schließen.

Bei der ersten Inbetriebnahme der Pumpe muß nach dem Schlaucheinlegen die Einstellung des korrekten Anpreßdruckes überprüft werden und ggf. mit der Andruckschraube korrigiert werden

8.2 Reinigen der optischen Zelle (Küvette)

Wird ein bestimmter Verschmutzungsgrad der optischen Zelle überschritten, muß die Küvette gereinigt werden.

Vorgehensweise beim Herausnehmen der Küvette

Nach dem Entfernen des Gehäusedeckels ist die Küvette leicht erkennbar.

- 1. Drehen der Küvette in den Küvettenhaltefedern, bis der Ein- und Auslaß der Küvette nach oben zeigt.
- 2. Rechte und linke Küvettenhaltefeder lösen und Küvette nach oben herausnehmen.
- 3. Küvette festhalten und Gasschläuche vorsichtig abziehen.
- 4. Küvette reinigen: H2O mit Spülmittel, HCI, HNO3, je nach Verschmutzungsart.

Achtung:

Keine Flußsäure (HF) verwenden! Anschließend mit destilliertem Wasser nachspülen und Küvette fleckenfrei trocknen.

- 5. Gegebenenfalls Küvette und Fenster der Küvette außen mit Alkohol reinigen, Küvette zum Einbau möglichst nur an den Schlauchstutzen bzw. unter Verwendung eines Papiertuches anfassen, um Fingerabdrücke zu vermeiden.
- 6- Küvetteneinbau in umgekehrter Reihenfolge. Nach dem Einbau der Küvette ist diese leicht nach unten zu drücken, bis sie exakt aufliegt.

9. Technische Daten des Hg-254 NE



Ausführung:	Tischgerät mit Tragebügel und Aufstellfüße, 19" Version optional
Meßmethode:	UV-Photometer mit Meß- und Referenzstrahl zur Lampenregelung
Küvette:	Quarzglas, optische Länge 230 mm
Lichtquelle:	hochfrequenzangeregte Niederdruckentladungslampe, geregelte Leistung, thermostatisiert
Meßbereiche:	0 10 µg/l (15 µg/l) bzw. 0 10 ppb (15 ppb) kleinster Meßbereich 0 1 µg/l bzw. 0 1 ppb
Meßempfindlichkeit:	0,01 μg/l bzw. 0,001 μg absolut
Analysendauer:	0,5 bis 2 Minuten
Probenmenge:	0,05 - 1 Liter
Software:	interaktive Bedienerführung nach EN 1483 ehemals DIN 38406
Eingabe:	feuchtigkeitsunempfindliche Folientastatur mit 5 Softkeys
Anzeige:	TFT-Farbdisplay, graphische Darstellung, beleuchtet
Ausgänge:	Meßwert: 0 - 10 V oder (auf Wunsch) 420 mA Centronics parallel für Drucker, RS 232 für PC , Signalgeber nach Meßzyklus
Pumpe:	3 Rollenschlauchpumpe angebaut, ca. 1,1 l/min
Gerätesicherung:	Τ 2 Α
Betriebstemperatur:	5 – 40°C, für höchste Genauigkeit der Analyse ist eine konstante Temperatur der Chemikalien und der Extraktionsflasche erforderlich
Stromversorgung:	100 – 240 V AC, 50 – 60 Hz, 40 VA, Weitbereichsnetzteil
Batteriebetrieb:	12 VDC, Option
Abmessungen:	19"-Tischgehäuse, 450mm (490mit Bügelgriff) x 133mm (3HE) x 290mm (B x H x T)
Masse:	ca. 9,5 kg

Handbuch Hg-254 NE / Version 01/2002; technische Änderungen vorbehalten.