1. OBJETIVO

Establecer los lineamientos para el adecuado manejo operativo y puesta en marcha del cromatografo iónico Metrohm 761 Compact IC.

2. ALCANCE

Aplica desde el encendido, acondicionamiento del cromatógrafo iónico 761 Compact IC y Auto-muestreador 863 Compact, puesta en marcha, manejo de software, calibración y lectura de muestras, hasta el apagado del equipo, va dirigido al personal del Laboratorio de Calidad Ambiental (LCA) que realiza los análisis en agua por Cromatografía iónica por supresión química en el equipo Metrohm 761 Compact IC - 863 Compact.

3. DEFINICIONES

- Válvula de inyección: Dispositivo mecánico con el cual se puede iniciar, detener o regular la circulación de líquidos mediante una pieza movible que abre, cierra en forma parcial uno o más conductos.

- Módulo supresor: Dispositivo basado en intercambio iónico entre la columna y el detector para reducir la conductividad de fondo del eluyente y mejorar la conductividad de los analitos.

- Bomba peristáltica: es aquella que permite bombear los fluidos. El fluido es contenido dentro de dos mangueras flexibles incrustada dentro de una cubierta circular de un rotor con un número de 'rodillos', unidos a la circunferencia externa comprimen la manguera flexible. Mientras que el rotor da vuelta, la parte de la manguera flexible bajo compresión se cierra (o se ocluye) forzando, de esta manera, el fluido a ser bombeado para moverse.

- Sistema: El concepto sistema designa la combinación de ajustes, programa de tiempo y método del proceso, que ha sido óptimo para una columna de separación específica y para la determinación a ejecutar con ella. Se usa un sistema para iniciar determinaciones individuales o determinaciones con ayuda de una tabla de muestras. Los sistemas se memorizan como Archivos de sistema (*.smt) en el directorio Systems.

- Método: Un método contiene todas las informaciones necesarias para el registro de datos, integración, evaluación de pico y cálculo de resultados. Puede considerarse como armazón del cromatograma, es decir, como cromatograma sin datos. Los métodos se memorizan como Archivos del método (*.mtw) en el directorio Methods. Cada sistema está enlazado a un método. Este método se llama método del proceso (Processing method) y se abre automáticamente al iniciar una nueva determinación.
- Cromatograma: Se designa como cromatograma a la representación gráfica de la curva de elución (Señal contra Tiempo), que se registra en la separación cromatográfica en una columna de separación. Los cromatogramas se memorizan como Archivos de cromatogramas (*.chw) en el directorio Data. Además de los datos de medición, los archivos de cromatogramas contienen también los parámetros del método y las configuraciones del sistema, que se usaron para el registro y el tratamiento de datos y el control remoto.

- Calibración: Se denomina calibración al método por el que se calcula la relación entre la altura del pico o la superficie del pico calculado para un componente y su concentración en la muestra. El resultado de la calibración es una función de calibración (curva calibradora) que registra la dependencia o relación entre la cantidad de muestra y la magnitud de evaluación. La determinación de la función de calibración con ayuda de soluciones de referencia se puede ejecutar como calibración de un punto o como de varios puntos. Como método de calibración se emplea predominantemente la calibración estándar externa (calibración absoluta) en la cromatografía de iones.

- La línea de base: Es la parte del registro que corresponde a la fase móvil, y permite conocer el valor estable de la conductividad.

- Integración: Se entiende como integración el método para la determinación de la altura de pico y la superficie de pico con ayuda de líneas de base aproximadas.

- Tablas de muestras (Sample Queue): Una tabla de muestras sirve para el procesamiento automático de series de muestras, especialmente con un automuestreador.

- Reprocesamiento (Batch reprocessing): Se entiende como reprocesamiento el tratamiento posterior de una serie de cromatogramas, que se cargaron en una tabla de reprocesamiento. Para la reelaboración en base a un método seleccionado se pueden cambiar a discreción los ajustes para la calibración, integración, contraseña, aspecto e informe.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Utilice los elementos de protección personal, para operar el equipo. Gafas, guantes de nitrilo.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

Los siguientes son requeridos para el óptimo funcionamiento del cromatógrafo:

- Automuestreador 863 Compact.
- Columna de separación; Columna de aniones METROSEP Anión Dual 2. (6.1006.100).
- Tubo absorbente de CO_2 (Supresor de CO_2).
- Bomba peristáltica de doble canal.
- Capilares PEEK.Tornillos de compresión.
- Cartuchos de precolumnas.
- Agua ultrapura (resistencia > 18 MΩ x cm) y reactivos de pureza para preparación de eluyentes y Solución Regenerante (ácido sulfúrico) para la supresión química.
- Filtros de membrana de nylon de (0,45 µm) de 13 mm de diámetro y 17 mm de diámetro.
- Jeringas de 10 mL. Los consumibles con su respectiva referencia se encuentran en el manual del equipo, (Apéndice 6.2) aquí solo se enuncian algunos de ellos.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Para evitar interferencias en la operación del cromatógrafo iónico Metrohm se describe a continuación las condiciones básicas para el correcto funcionamiento del equipo.

General

- Flujo de eluyente: emplear únicamente capilares de PEEK con diámetros internos de 0,25 mm.
- Utilizar agua ultrapura (resistencia > 18 MΩ x cm) y reactivos de pureza. para preparación de eluyentes.
- Filtrar las muestras con filtros de nylon (0,45 µm) y 13 mm de diámetro.
- Comprobar que las muestras no tienen burbujas.
- Siempre que no se usen, almacenar las columnas de separación cerradas y rellenas según las instrucciones facilitadas por el fabricante.

Eluyente

- Filtrar el eluyente preparado con filtros de nylon (0,45 µm) y 17 mm de diámetro.
- Libre de partículas, algas y bacterias/hongos en el reservorio.
- Desgasificación; tubo de aspiración libre de burbujas.
- Cambiar filtros de aspiración cada 3 meses o cuando se vuelvan amarillentos.
- Adoptar medidas para evitar precipitaciones al cambiar el tipo de eluyente.

Bomba IC (bomba de alta presión)

- Mantenimiento de pistones, sellos y válvulas al menos una vez al año.
- Para evitar un deterioro de la bomba, ésta no debe funcionar nunca en seco. Por consiguiente, antes de cada conexión, cerciorarse de que el suministro de eluyente está acoplado correctamente y de que el frasco contiene eluyente suficiente.

Supresor de CO_2

- La botella de eluyente debe equiparse siempre con un absorbente de CO_2 empleando cartuchos de absorción de agua y CO_2.
- El desecante puede regenerarse mediante calor (< 140 °C) para eliminar el agua. (cambio de color).
- Sustituir regularmente el cartucho de absorción de CO_2 (indicador coloreado).

Bomba peristáltica de doble canal

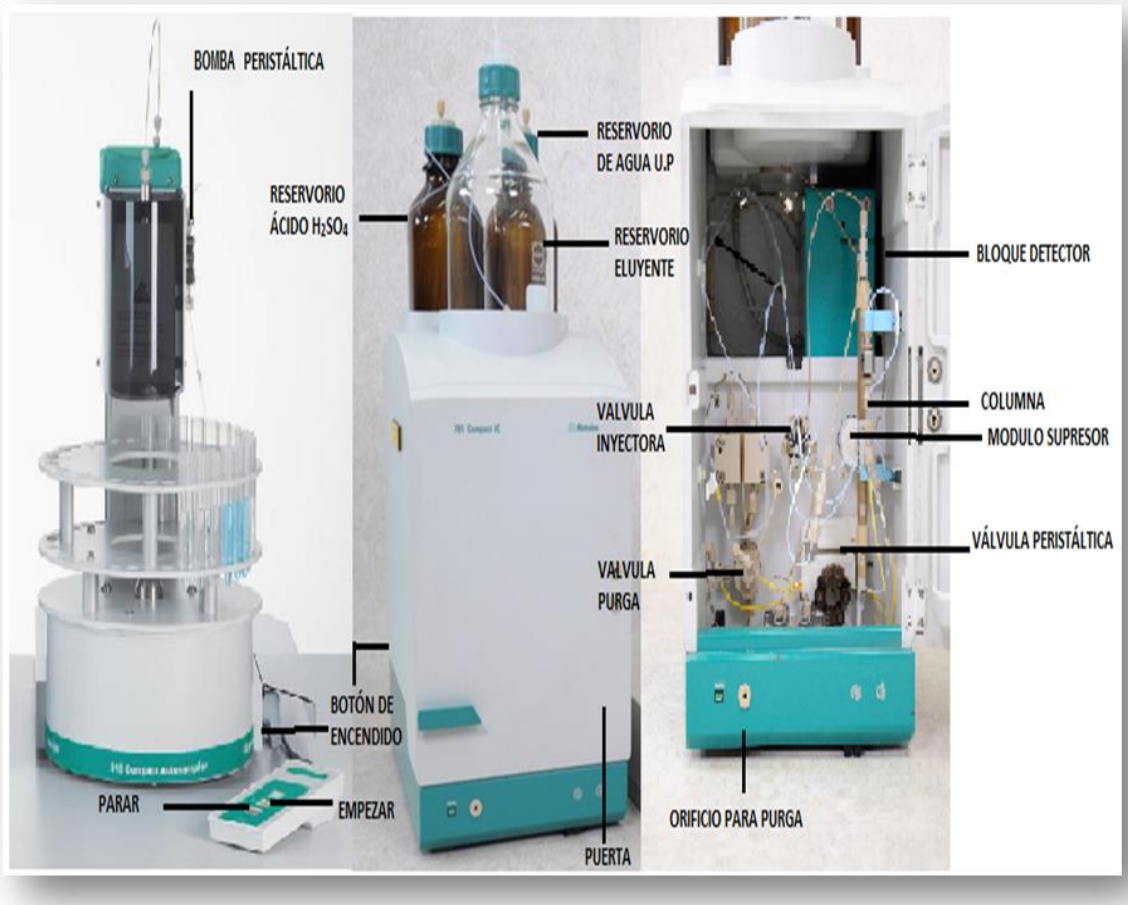
- Sustituir periódicamente los tubos − al menos cada 3 meses o cuando se requiera.
- Los reguladores de presión no deben apretarse en exceso: aumentar la presión paso a paso hasta ver circular reactivo, entonces incrementar la presión 2 pasos.
- Usar tubos de larga duración PP (Polipropileno).
- Usar filtros y reemplazar cada 3 meses o cuando aumente la presión de fondo.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Para asegurar la calidad de los resultados, es necesario que el cromatografo iónico Metrohm 761 Compact IC cuente con el Programa de mantenimiento preventivo, calibración y verificación, de acuerdo a la periodicidad especificada en los programas de mantenimiento del laboratorio (LCA), con el fin de asegurar los resultados obtenidos.

8. DESARROLLO

8.1. Partes básicas



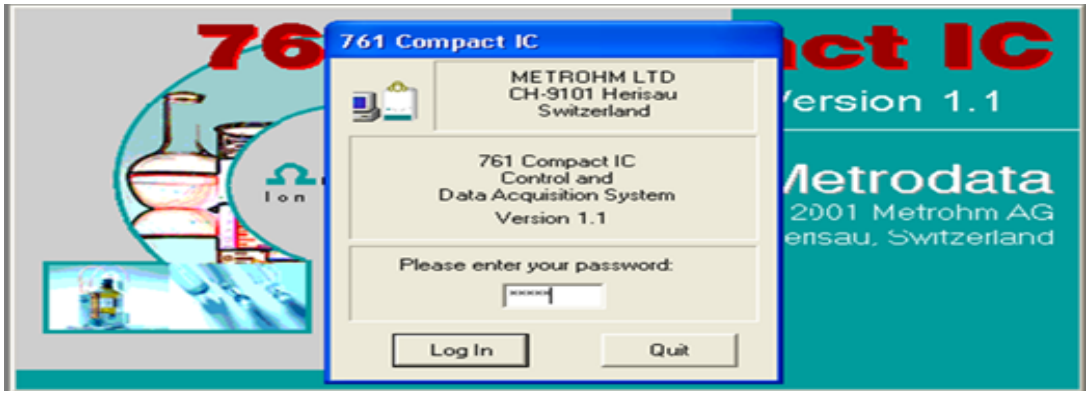
8.2. Inicio

- Conmutar el Compact IC 761.
  Prenda el regulador electrónico, encienda el automuestreador (813 Compact Autosampler) con el interruptor primario que se encuentra en la parte inferior al lado derecho bajo la cubierta protectora. Encienda el equipo (Compact IC 761) con el interruptor primario que se encuentra en la parte trasera del mismo. Tras la conmutación del aparato, el testigo luminoso encendido muestra que se encuentra en condiciones de servicio.

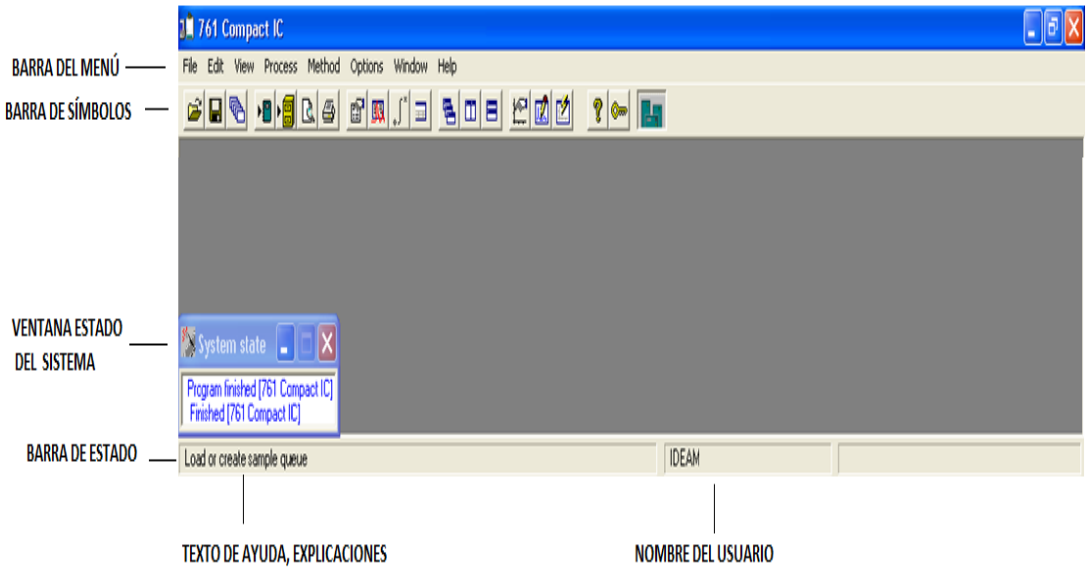
- Conectar el computador.
  Encender el computador. En el escritorio se presentan dos iconos de acceso directo:

Autodatabase para el manejo de datos y «761 Compact IC»

para manejar el cromatógrafo. En el software existen dos programas de trabajo, uno es el «Autodatabase» con el que se maneja la base de datos, resultados y cromatogramas obtenidos con el «761 Compact IC» y otro con el que se maneja la información del sistema, el programa del equipo 761 Compact IC, está constituido por una parte que se llama SISTEMA y otra que se llama METODO. Haga doble clic sobre el acceso directo a Autodatabase IDEAM y después en el acceso directo a «761 Compact IC 1.1». Digite la clave de acceso en la caja de dialogo que se despliega, la cual es **IDEAM** y presionar enter o clic en Log In.



El programa cuenta con las siguientes barras de estados: menú, símbolos, estado, ventana de estado del sistema, texto de ayuda, nombre de usuario.



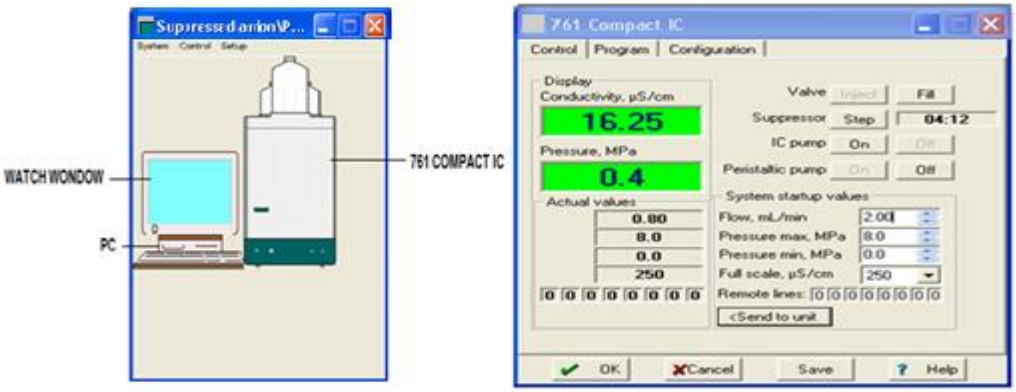
- Los siguientes son los símbolos de la ventana principal, del programa que permiten operarlo de manera rápida:

Abrir cromatograma	Enviar cromatogramas a la «Base de datos automática».	Tabla de componentes	Conectar/desconectar el modo del Peak editor.
Memorizar cromatograma.	Imprimir informe	Ordenar desplazados los cromatogramas abiertos.	Mostrar completamente el cromatograma.
Abrir la última tabla de reprocesamiento.	Passport (pasaporte).	Ordenar uno paralelos los cromatogramas abiertos.	Ayuda.
Ajustes de informe.	Ajustes generales del método.	Ordenar superpuestos los cromatogramas abiertos.	Bloquear el acceso al programa.
Vista previa de la impresión.	Configuraciones de integración.	Fijar el aspecto óptico del cromatograma.	Sistema asociado.

- **Purgue la - Bomba de alta presión IC** (válvula de purga):

Nota: SI se ha cambiado el eluyente o el equipo NO se ha utilizado durante un periodo prolongado purgue el sistema como se indica a continuación**:**

- Antes de colocar en funcionamiento el equipo, se debe purgar la bomba de alta presión, Para ello se debe proceder de la siguiente forma: una vez ingresado al programa se debe seleccionar el sistema, con: File / Open / System / suppressed / "PrepMSM2.smt". Haga doble clic, para abrir el sistema. Seleccionar en el menú **Control** de esta ventana, el punto **Connect to workplace** la ruta es **SYSTEM / Control / Connect to workplace del icono** que corresponde a la ventana del sistema.
- Hacer doble clic en la ventana inferior en system state o en la figura COMPAC IC761 (figura parecida a un tanque), esto permite que aparezca las condiciones de operación del equipo, manejo manual del COMPAC IC 761.
- Ajuste el Flow, mL/min en 2 mL/min. Hacer clic sobre <Send to unit> para transmitir este valor al Compact IC 761.



- Cerciórese de que el tubo de aspiración para la bomba de alta presión esté sumergido en el eluyente.
- Conecte la jeringa hasta el tope, en el orificio para purga.
- Abra la puerta del equipo y en el interior ubique la válvula de purga, gire el botón de la válvula de purga, aproximadamente media vuelta en sentido contra horario, (hacia la derecha de la válvula de purga.

- Hacer clic sobre el botón <On> para IC pump, para conmutar la bomba de alta presión.
- Aspire aire con la jeringa (sin aguja), durante el tiempo requerido hasta que en la misma entre eluyente. Permita que en la jeringa pase aproximadamente 2 mL de eluyente.
- Hacer clic sobre el botón <Off> para desconectar la bomba de alta presión IC pump.
- Cerrar el botón giratorio de la válvula de purga girándolo hacia la izquierda de la válvula, en sentido horario. Retirar la jeringa de la conexión.
- En el Compact IC 761; se muestran la conductibilidad, la presión, el flujo y los parámetros del sistema actualmente en vigor.
- Ajustar de nuevo en Flow al caudal original (0.8 mL/min). Hacer clic sobre <Send to unit> para transmitir este valor al Compact IC 761.
- Una vez purgada la bomba del sistema proceda como se indica en el numeral 8.3. en el ítem Arrancar el sistema, para el acondicionamiento y puesta en marcha del sistema.

8.3. Acondicionamiento del sistema : Abrir el sistema "PrepMSM2.smt"

- Seleccionar en la ventana principal File / Open / System / suppressed, seleccionar el archivo del sistema "PrepMSM2.smt" Haga doble clic, para abrir el sistema. Seleccionar en el menú **Control** de esta ventana, el punto **Connect to workplace**. Esto permite Unir el sistema seleccionado con el interfase COM del ordenador, permitiendo conmutar el programa.
- Arrancar el sistema: seleccionar en el menú **Control** de la ventana del sistema "PrepMSM2.smt" **Start determination**, una vez seleccionada la opción la bomba de alta presión y la bomba peristáltica arrancan, abriéndose al mismo momento una ventana de cromatograma en la que la línea base se registra en forma continúa. El modulo supresor se conmuta cada 20 minutos. Acondicionándose así.
- **Acondicionar el sistema: "PrepMSM2.smt"**: es necesario limpiar el sistema con eluyente durante el tiempo requerido hasta que se alcance la estabilidad deseada de la línea base y este suficientemente acondicionado el modulo supresor como mínimo de 30 min a 1h. Una vez acondicionado el sistema se selecciona del menú **Control** en la ventana del sistema "PrepMSM2.smt" Stop determination, el registro de datos y el programa de tiempo se detiene, la bomba de alta presión y la peristáltica siguen en funcionamiento.
  Cierre el cromatograma y oprima YES para guardar. Posteriormente oprima **NO** cuando salga el mensaje que indica si quiere salvar el método.

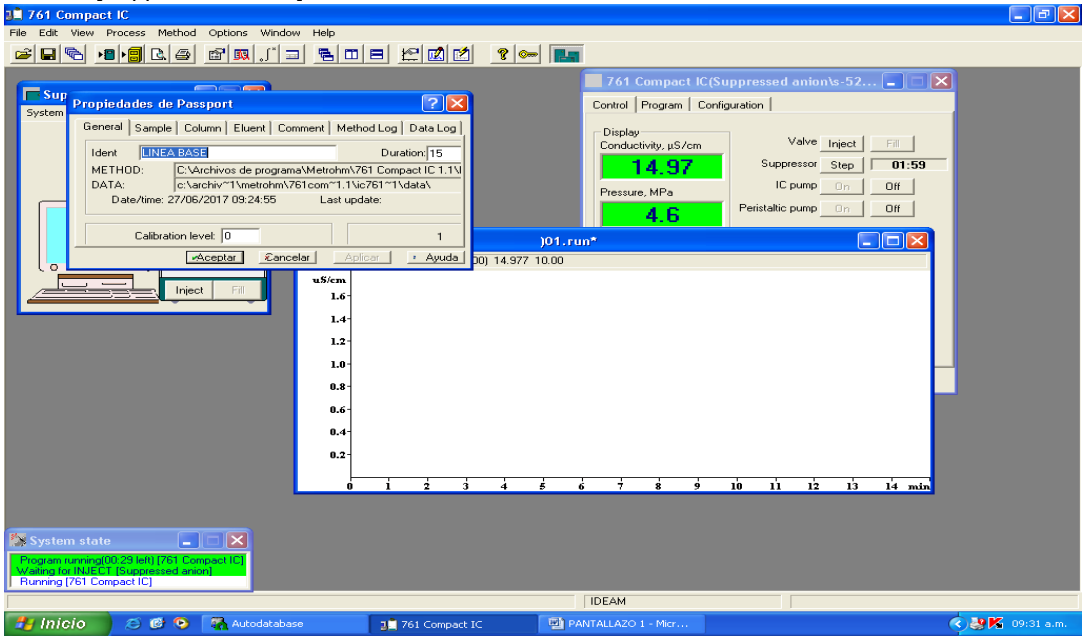
Los cromatogramas registrados se memoriza automáticamente, en caso de que la opción Save chromatogram after the run esté activada en Passport / Processing.

8.4. **Abrir el sistema "S-52.smt"** Una vez acondicionado el sistema se selecciona el **sistema "S-52.smt"** ideal para la determinación de los aniones**:** Cl^-, NO_3^-, $SO_4^=$; en el menú **System** en la ventana del sistema "PrepMSM2.smt" seleccionar en el menú **Change,** aparece un mensaje que indica si quiere guardar los cambios, oprima **NO**, y seleccione en la carpeta **Suppressed** el archivo del sistema "S-52.smt". Este es el archivo adecuado para la columna de separación METROSEP Anión Dual 2 instalada, hacer doble clic; el sistema "PrepMSM2.smt" se cierra y de esta manera el sistema "S-52.smt" se abre y se conecta automáticamente.

8.5. **Iniciar el sistema "S-52.smt"**: una vez conectado el sistema, se selecciona en la ventana del sistema"S-52.smt" en el menú **Control - Start determination**, una vez seleccionada la opción la bomba de alta presión y la bomba peristáltica arrancan, abriéndose al mismo momento una ventana

de cromatograma en la que la línea base se registra en forma continúa. Si la opción de verificación de sample esta activada aparecerá un cuadro que permitirá confirmar o modificar la información; escriba en Ident: LINEA BASE, Inf 1: LINEA BASE, Info 2: el nombre del analista que opera el equipo.

Al oprimir Passport Programe una línea base de 20 minutos, este tiempo es suficiente después de haber estabilizado el equipo durante una hora. En la línea de estado de esta ventana aparece le mensaje **Measure (Baseline),** al lado aparece el tiempo transcurrido, el tiempo total de análisis, el valor absoluto de medición de conductibilidad y el número de los puntos de medición por segundo. En la ventana SYSTEM STATE aparecen los mensajes Running [761 Compact IC] y Waiting for INJECT [Suppressed anión].



- Dejar funcionar el sistema durante algunos minutos. Si ya se acondicionó el sistema con anterioridad, entonces, dentro de 20 minutos se ajusta un valor estable de conductibilidad aprox. 14 µS/cm o más. **SYSTEM / Control / Stop data acquisition** para parar el registro de la línea de base. Si no ha sido programado el tiempo en el Passport.

- Hacer doble clic sobre el cromatograma, seleccionar el punto View all. La sensibilidad se ajusta automáticamente de tal modo que todos los puntos de medición son visibles.
- Seleccionar la sensibilidad deseada con ayuda de las teclas de cursor **<↑> o <↓>.**

- Otra opción que es importante se encuentra en **761 COMPACT IC / Method / Method setup** .Con este punto del menú se abre la ventana Method setup que contiene las configuraciones más importantes del método para el registro de datos y el procesamiento de datos y que se compone de varias subpáginas; en la subpágina Processing se DEBEN seleccionar las acciones que transcurren durante y después de finalizado el cromatograma. Estas configuraciones son muy útiles cuando se opera con un cambiador de muestras. (auto-muestreador). En la subpágina Processing, Seleccione:

Save chromatogram after the run. Si esta opción está activada, el cromatograma se memoriza automáticamente al finalizar el registro de datos.
While running every... min. Memoriza el cromatograma en ejecución durante el registro en el intervalo de tiempo indicado.
Send data to Autodatabase file Si esta opción está activada, los datos del cromatograma se memorizan automáticamente en el archivo de Autodatabase.

761 COMPACT IC / Method / Autodatabase Con este punto del menú se abre la ventana Autodatabase options, en la que se pueden realizar los ajustes para el programa Autodatabase.

8.6. Cargar el auto-muestreador.

Servir los blancos, estándares y muestras en los tubos del auto-muestreador y colocarlos en la posición indicada en la (Sample Queue) tabla de muestras.
Coloque en el auto-muestrador de forma ordenada, la secuencia que va analizar; para realizar una curva de calibración se recomienda colocar: 3 blancos, nivel 1, nivel 2 nivel 3, nivel 4, nivel 5, y finalizar la corrida con dos o tres blancos para limpiar la columna.

8.7. Introducir los datos para la determinación

Hacer clic sobre o seleccionar el punto Passport del menú Method en la ventana principal; Se denomina como "Passport" aquel componente del método que contiene una descripción detallada de la determinación cromatográfica.

Este se utiliza cuando se realiza **una determinación individual** o cuando está en funcionamiento la **Tabla Sample Queue y se quiere realizar alguna modificación** en las subpáginas, a continuación se indica cómo se debe introducir la información en las subpáginas del Passport:

- General: contiene información general sobre la determinación. A continuación se expone un ejemplo:
  Ident: METODO:4110B.IE.NIVEL1(0.20Cl,0.10NO_3,0.10SO_4mg/L).EQUIPO761COMPACT813
  En esta subpágina se puede **modificar el tiempo** de duración del cromatograma en min, y colocar el número del nivel de la calibración si por alguna razón no se indicó.
  En la pestaña de Sample se debe colocar:
  Sample: Inf 1: CURVADECALIBRACIÓN MIX1(0.20mgCl/L,0.10mgNO3-/L,0.10mgSO4-/L)
- **Inf 2: Nombre en mayúscula del analista.**
  Volumen: 20 µL, Dilution 1, vial número 1.
- Column: Metrosep Anion Dual 2 (6.1006.100). ID 4.6mm Length: 75mm, particle size 6µm, void volumen 0%.
- Eluent A: 2.0mM $NaHCO_3$ / 1.3 mM Na_2CO_3. Flow : 0.8 mL/min, Pressure 5.1 Temp: 20 min.
- **Comment:** Esta opción se puede usar para introducir cualquier información adicional sobre el cromatograma o sobre la muestra. Como por ejemplo: **Análisis de muestras superficiales para la determinación de sulfatos.**
- Cambiar otros parámetros en las pestañas del cuadro de Passport, según se desee para la designación de la muestra y de las condiciones de registro.

Si la determinación no se realiza individualmente, utilice la Tabla **SAMPLE QUEUE** .Introducir los datos de la determinación en la ventana de tabla de muestras (Sample Queue) ítem. Administrar tablas de muestras.

8.8. Administrar tablas de muestras.

- Abrir tabla de muestras de acuerdo a las siguientes opciones:

761 COMPACT IC / File / Open / Sample Queue
Suppresed anión / System / Sample Queue

Con estas dos opciones del menú se abre la ventana, con la que se puede seleccionar bien un archivo de tabla de muestras (*.que) existente o, después de la entrada de un nuevo nombre, se puede crear un nuevo archivo de tabla de tabla de muestras (*.que). Después de la confirmación con <OK> se abre la ventana general para la tabla de muestras. La cual presenta los siguientes iconos para su modificación:

	QUEUE EDITOR / Edit / Undo Reponer el último cambio realizado en la tabla de muestras.
	Recortar líneas seleccionadas en la tabla de muestras y copiar a la memoria temporal.
	Copiar líneas seleccionadas en la tabla de muestras a la memoria temporal.
	Añadir líneas desde la memoria temporal a la tabla de muestras.
	Borrar líneas seleccionadas en la tabla de muestras.
	Duplicar líneas seleccionadas en la tabla de muestras.
	Llenar campos seleccionados en una columna con valores que aumentan Automáticamente en 1. El último carácter del primer campo debe ser una cifra. Esta función está disponible para las columnas Ident, Vial, Level, Sample Info 1 y Sample Info 2.
	Llenar campos seleccionados en una columna con el mismo valor que se encuentra en el primer campo.
	Reponer la tabla de muestras (Done = 0 para todas las líneas).
	Cambiar el archivo del sistema (*.smt) para las líneas seleccionadas.
	QUEUE EDITOR / File / Print La tabla de muestras se imprime en formato A4 transversal.
	QUEUE EDITOR / File / Save & Exit Memorizar la tabla de muestras y cerrar la ventana del editor. QUEUE EDITOR / File / Exit Cerrar la ventana del editor. Aparece la pregunta de si se debe memorizar la tabla de muestras o no.

- Memorizar tabla de muestras
  La tabla de muestras se puede guardar como lo indican los iconos a continuación.

QUEUE EDITOR / File / Save. Memorizar una tabla de muestras de un archivo de tabla de muestras (*.que) en el directorio de trabajo. La ventana del editor para la tabla de muestras permanece abierta.

QUEUE EDITOR / File / Save & exit. Memorizar una tabla de muestras de un archivo de tabla de muestras (*.que) en el directorio de trabajo y cerrar la ventana del editor para la tabla de muestras.
SAMPLE QUEUE OVERVIEW / File / Save as. Memorizar la copia de la tabla de muestras de un nuevo archivo de tabla de muestras (*.que) en el directorio de trabajo.

- Borrar tabla de muestras
  SAMPLE QUEUE OVERVIEW / File / Delete. Cerrar la ventana general para la tabla de muestras y borrar el archivo de tabla de muestras (*.que).
- La Sample Queue está compuesta de la siguiente información:

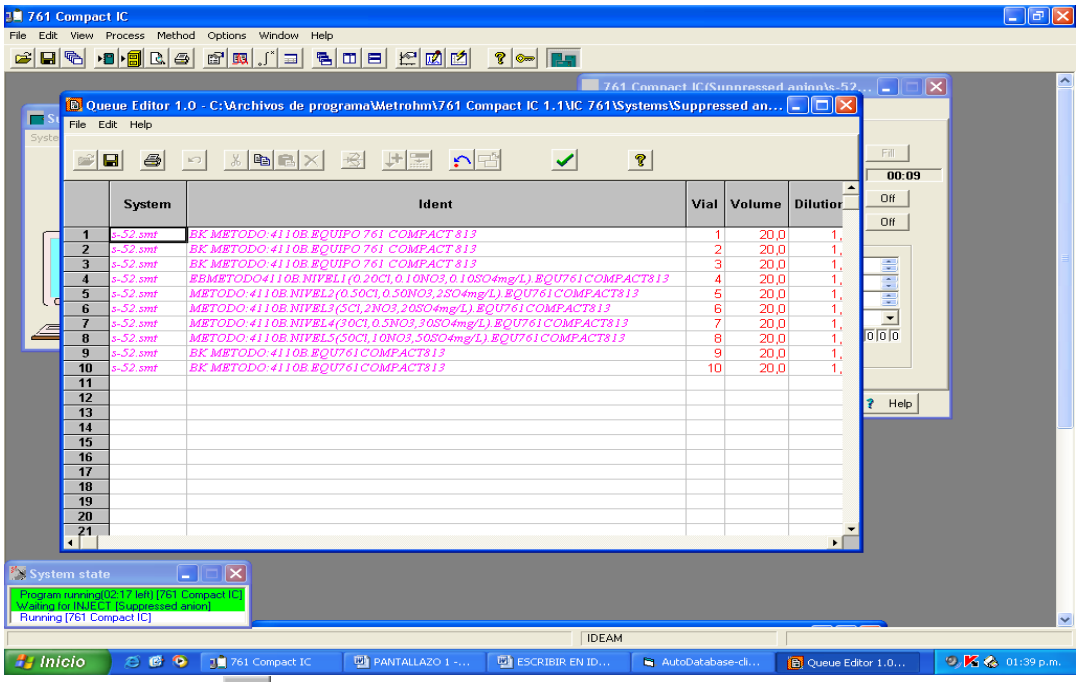
No	Número de líneas.
System	Archivo de sistema que se usa para la determinación. El sistema se abre y enlaza automáticamente. **(s-52.smt)**
Ident	Título del cromatograma específico del usuario. Se añade al Passport en el campo correspondiente al iniciar el cromatograma.
Vial	Posición de la muestra en el automuestreador. Este valor no se transmite automáticamente al automuestreador. **Cerciórese de que las posiciones aquí introducidas coinciden con las posiciones reales en el automuestreador.**
Volume	Volumen de inyección en µL. **20 µL**
Dilution	**Dilución** de la muestra antes de la inyección.
Amount (cantidad)	Cantidad de muestra. Si este valor es diferente para muestra (s) y soluciones de calibración (c), las concentraciones de los componentes en la muestra se calculan como sigue: $C_s = C_c \bullet Amount_s / Amount_c$
Internal standard amount	Concentración del estándar interno.
Injections	Número de inyecciones para la misma posición de muestras (para Level 1 sólo se permite 1 inyección). Este valor no se transmite automáticamente al cambiador de muestras. Cerciorarse de que los números de inyecciones aquí introducidos coinciden con los números de inyecciones reales en el cambiador de muestras.
Done - Started	Indicación de si la muestra ha sido iniciada o no: 0 Muestra no iniciada. 1 Muestra iniciada. 2…n Número ejecutado de inyecciones.
Level	**Punto de calibración para la muestra:** **0 significa muestras normales**, 1 significa muestras para calibración. De este modo se pueden realizar calibraciones automáticamente. Cada **punto de calibración ≥1** corresponde a una muestra que se usó para la calibración y a un punto de la curva de calibración.
Sample Info 1	Información 1 a la muestra. (Se coloca la identificación de **la muestra – CE o estándar**).
Sample Info 2	Información 2 (**Nombre del analista**).
Shut down system after the queue finishes (Apague el	Si está activada esta opción, el hardware se paraliza automáticamente después de finalizado el procesamiento de muestra (las dos bombas se

sistema una vez finalizada la corrida).	desconectan), pero el sistema permanece conectado.
<Start>	Inicio del procesamiento de la tabla de muestras a partir de la primera línea con Started = 0.
<Pause>	Parada del procesamiento de la tabla de muestras después de finalizada la determinación en ejecución.
<Edit>	Abrir el programa del Editor para el cambio de tablas de muestras
<Close>	Cerrar la ventana general para la tabla de muestras.

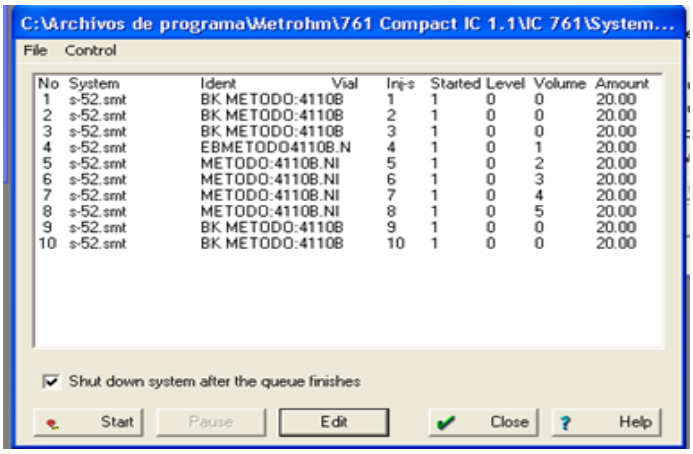
- **Usar tablas de muestras existentes.**

Seleccione **la sample Queue curva de calibración**, si va a realizar una Calibración con los niveles 1, 2, 3, 4, 5. De lo contrario escoja la **sample Queue de Muestras o la Sample Queue Blancos si va a limpiar la columna**. Estas tablas ya contiene la información requerida, en este caso para la calibración no necesitan ser modificada, solo es necesario cambiar el nombre del Analista, la Sample Queue de muestras solo requiere que se le modifique el número de las muestras, la Conductividades eléctricas de la muestra CE y el nombre del Analista. Aparecerá la siguiente pantalla en donde podrá editar. Para ello Oprima doble clic en

donde Aparecerá la siguiente pantalla:

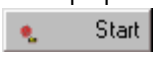


Oprima el icono Reset . Aparecerá la tabla de Sample Queue de color azul, lo que indica que esta activa para realizar los cambios de edición, y establecer la corrida. Una vez realizados los cambios Oprima el icono el cual indica salvar y salir. Aparece la siguiente pantalla.

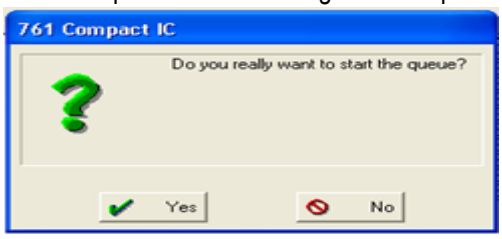


8.9. Iniciar la determinación

Presionar la tecla **STOP** en el control del **Auto-muestreador**, esperar que retorne a la posición 1 y presionar la tecla **START**, el indicador luminoso empezará a parpadear, indicando que el equipo está listo para iniciar.

Inicie la determinación haciendo clic en start 

en la ventana tabla de muestras **Sample Queue**, aparecerá el siguiente mensaje: donde indica que si usted está seguro de empezar la secuencia.



Oprima **YES,** aparecerá otro mensaje donde indica que sea modificado el sistema Suppressed anión, si ha realizado cambios oprima **YES.** Posteriormente se abre una ventana en blanco, se inicia una corrida de línea base y el auto-muestreador empieza a tomar la muestra, y al cabo de dos y medio minutos la ventana se torna azul y empieza a aparecer el cromatograma.

En la línea de estado de la ventana SYSTEM STATE del cromatograma aparece el mensaje
Program running [761 Compact IC] Executing S-52.smt [CURVA DE CALIBRACIÓN.que]
Waiting for INJECT [suppressed anión]
Starting [761 Compact IC]
Después de transcurrido el tiempo de análisis programado en el método; se evalúa automáticamente el cromatograma registrado y se memoriza. A continuación se cierra la ventana del cromatograma.

Al final de la determinación se cierra la ventana del cromatograma y se memoriza el cromatograma automáticamente. El nombre del archivo incluye la fecha (año – mes –día) y la hora en forma codificada. Cuando los cromatogramas son modificados en la integración, y calibrados. Al guardarlos y colocar en el mensaje *.chw already exists. Overwrite? <NO>. El cromatograma queda guardado con otro nombre que no es la fecha sino un número ejemplo: 2000081.chw Los cromatogramas se guardan automáticamente en: **Directory: \archiv~1\metrohm\761com~1.1\ic761~1\dat**

Si se requiere **parar la corrida de la Sample Queue** SYSTEM / Control / Shutdown hardware. Con este punto del menú se paran inmediatamente la bomba de alta presión y la bomba peristáltica del Compact IC 761. También se paraliza la determinación en ejecución y el procesamiento de la tabla de muestras activa.

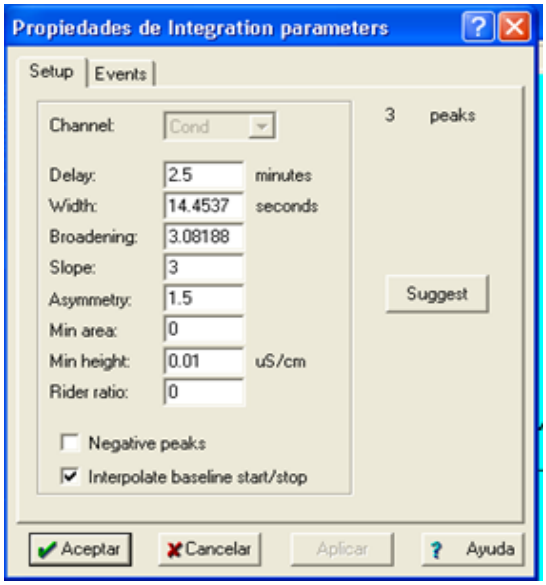
8.10. Abrir el cromatograma

Hacer clic sobre abrir de la ventana principal o en File / Open / Chromatogramm. Seleccionar el cromatograma acabado de grabar *.chw y hacer clic sobre <OK>. Se abre la ventana de cromatograma en la que están numerados los picos encontrados y el área de integración del pico.

8.11. Adaptar los parámetros de integración

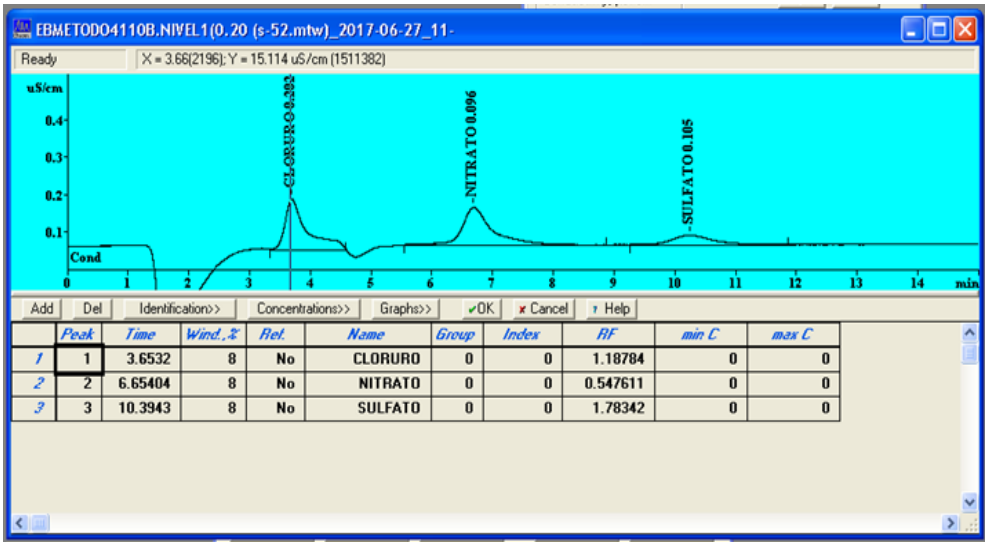
Una vez abierto el cromatograma se adaptan los parámetros de integración con la opción de editor de picos donde se marcan los picos que no estén identificados. Posteriormente se guardan los cambios, al salir del editor y se oprime clic sobre o seleccionar el punto Integration del menú Method en la ventana principal. Se abre la ventana con los parámetros de integración. La ventana se compone de las pestañas:
Setup Parámetros de integración.
Events Sucesos de integración.

Cambiar a discreción el tiempo de espera (p. ej. si no se evaluó el pico de Cloruro) digitando en Delay el tiempo inicial para el arranque de la integración de pico.
Se oprime **Suggest**, este Suggest es la función para la configuración automática de los parámetros razonables de integración el requisito para ello es que se hallan marcado antes a mano algunos picos en el editor de picos.



8.12. Adaptar la asignación de picos

Hacer clic sobre o seleccionar Method / Calibration / Components. En la tabla de componentes Components table se memorizan las informaciones siguientes acerca del componente a analizar. Por debajo del cromatograma se visualiza la tabla preparada para los componentes cloruro, nitrato y sulfato, en la que están registrados en la columna Peak los números de pico y en la columna Time el tiempo de retención pertinente para todos los picos, que pudieron asignarse claramente a un componente. En el cromatograma mismo este tiempo de retención se representa con el cursor (línea vertical).



	Peak	Time	Wind.,%	Rel.	Name	Group	Index	RF	min C	max C
1	1	3.6532	8	No	CLORURO	0	0	1.18784	0	0
2	2	6.65404	8	No	NITRATO	0	0	0.547611	0	0
3	3	10.3943	8	No	SULFATO	0	0	1.78342	0	0

En caso de que haya un 0 en la columna Peak, la asignación del pico al componente se ha de realizar a mano. En tal caso, introducir el número de pico del cromatograma en la columna Peak y hacer clic con el ratón en el campo Time de esta línea. El tiempo de retención pertinente se introduce automáticamente como nuevo tiempo para este componente.

Hacer clic para cada pico correctamente asignado en el tiempo de retención de la columna Time. Este tiempo aparece visualizado automáticamente por el cursor en el cromatograma.

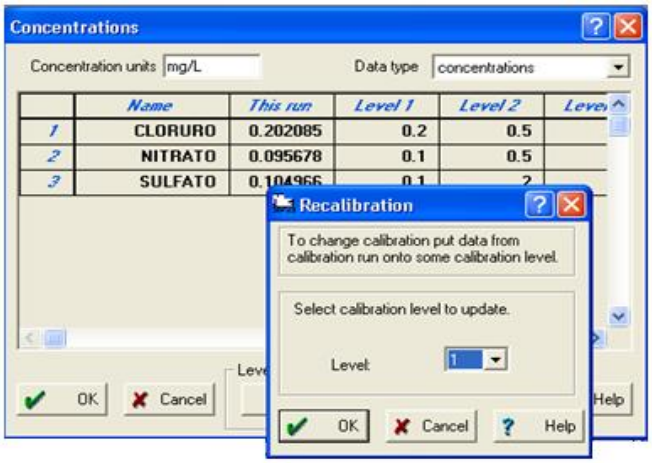
En caso de que el tiempo de retención no se encuentre dentro de gama del centro del pico, debería adaptarse correspondientemente el valor en la columna Time. Para ello hacer clic sobre el cromatograma, mover el cursor con las teclas de cursor < ← > y < → > hacia el centro del pico y leer en la línea de estado el tiempo de retención pertinente. Teclear este valor (redondeado) en la columna Time. Cerrar la ventana Components debajo del cromatograma con <OK>.

8.13. Generar la calibración

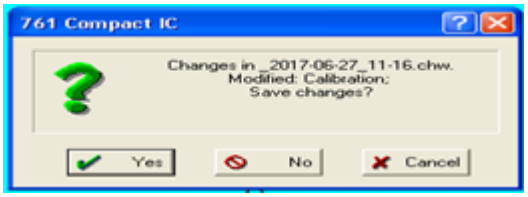
Hacer clic sobre el botón <Concentrations> en la ventana de componente.
Hacer clic sobre <Add>. Se abre la ventana Add level.
Confirmar la Calibration level 1 indicado en esta ventana con <OK>. Seleccione Calibrate immediately.
En la ventana Concentrations aparece una nueva columna Level 1.
Introducir en esta columna las concentraciones de los componentes en la solución estándar usada:

Realizar la recalibración con el nuevo punto de calibración introducido.
Hacer clic sobre <Calibrate>. Aparece una ventana. Confirmar el Level 1 indicado con <OK>.
Hacer clic sobre la ventana Concentrations en <OK>.

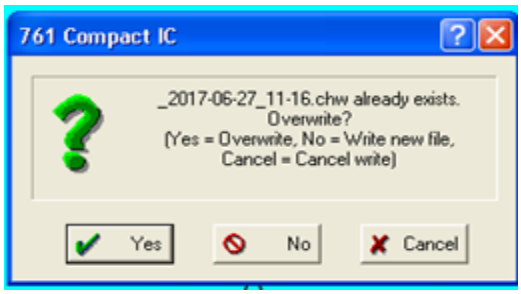
Se pueden adicionar niveles o borrarlos, en este caso como ya se encuentran los niveles que se desean **calibrar se escoge el nivel 1** que es al que corresponde el cromatograma seleccionado y se oprime clic en la opción calibrate, aparece el siguiente pantallazo. Donde indica si desea cambiar la calibración en este nivel, oprimir OK nuevamente OK y nuevamente Ok en la ventana de concentración. Puede dar Clic en GRAPHS para mostrar la curva de calibración.



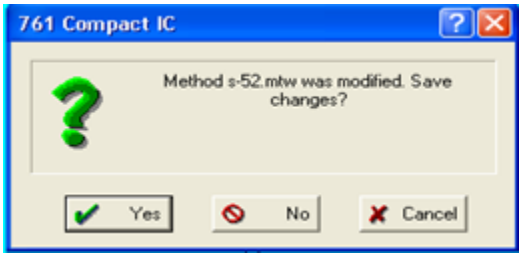
Una vez calibrado ese nivel se cierra el cromatograma dando clic en la X de la ventana del cromatograma, donde aparece lo siguiente. **Oprimir Yes.**



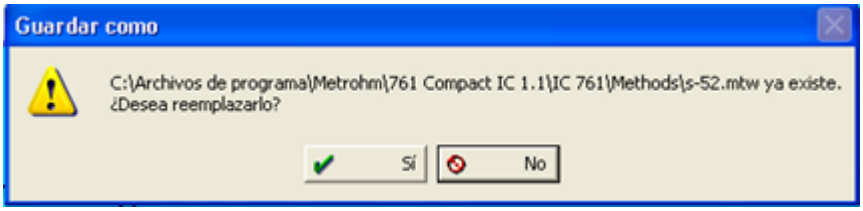
Posteriormente aparecen los siguientes mensajes: oprimir **NO.**



Y en el mensaje que arroja a continuación oprimir **Yes.**



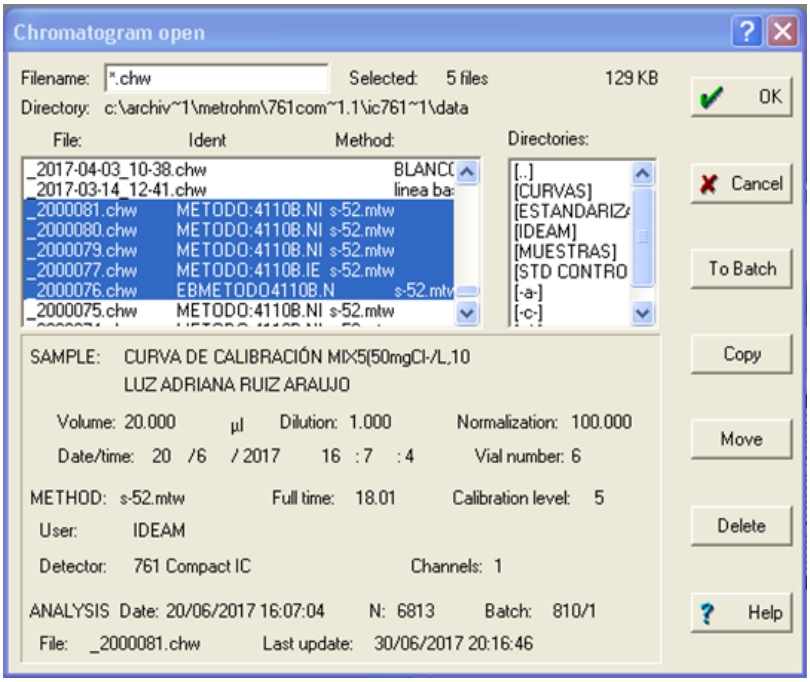
Guarde el punto de calibración siempre con el mismo nombre s-52 todos y cada uno de los puntos de calibración. Oprima siempre SÍ.



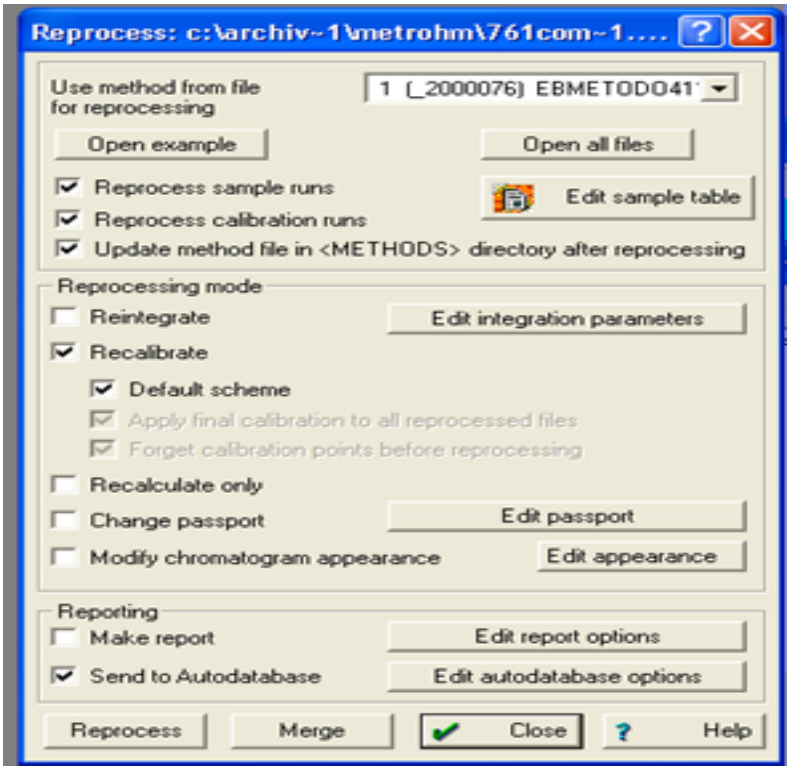
Lo anterior se realiza con cada uno de los puntos de calibración nivel 2, nivel 3, nivel 4, nivel

5. Realice la calibración a partir del numeral 11, donde se explican los pasos que permiten una adecuada calibración.

Una vez se realiza la calibración de todos los niveles se reprocesan para obtener la curva de calibración. Se procede de la siguiente manera. Se da clic en el icono para abrir los cromatogramas se seleccionan los cromatogramas los cuales se encuentran al final; cuando oprimimos **Abrir el cromatograma,** los cromatogramas que han sido integrados, modificados y calibrados el sistema los guarda con números como se observa en la siguiente imagen, el nivel 1 para este EJEMPLO lo identifica con el numero 2000076.chw de esta forma se escogen los 5 cromatogramas que corresponden a la curva de calibración y se calibra el equipo dando clic en **To Batch**. Cada vez que se realiza una nueva calibración el número de identificación de cada cromatograma en cada nivel cambia.



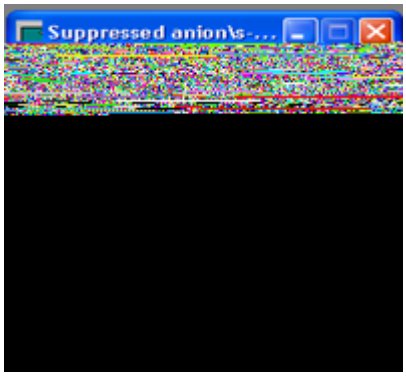
Aparecerá un recuadro, digite siempre el número 1 y oprima OK - YES. Posteriormente aparecerá la siguiente imagen:



La imagen indica las opciones que se deben seleccionar, verifique que todas las opciones estén seleccionadas de igual manera como se muestra en la imagen, de lo contrario selecciónelas y oprima clic en Reprocess.

- **Salvar y Guardar la Calibración**

  Una vez reprocesada la curva memorice el método y el sistema:
  Method / Calibration / Save to method. Memoriza la calibración actual en el método usado para el registro de datos. Con esta opción se memoriza la calibración actualizada del cromatograma en el método.
  Hacer clic sobre <Yes>. Aparece la ventana File Save As.
  Seleccione el s-52 guarde y oprima YES.
  Para salvar el System oprima en la ventana de **Suppressed anión / System /save**



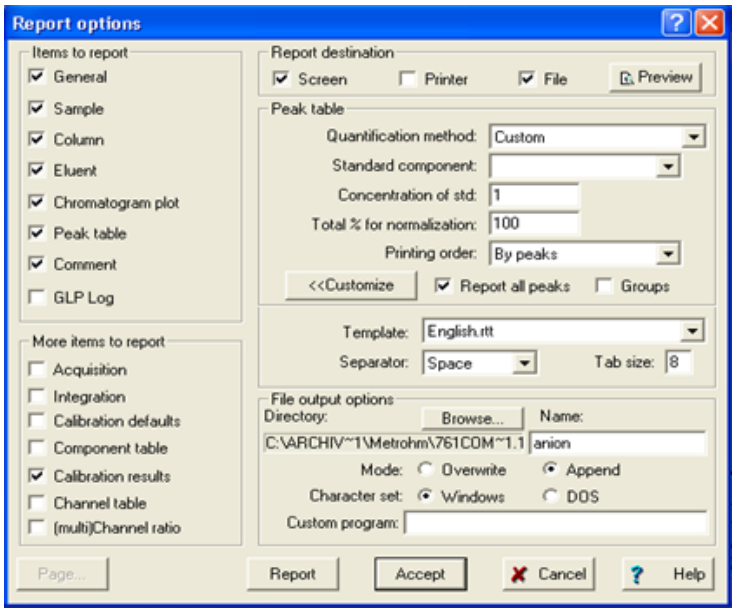
  Seleccione el s-52 guarde y oprima YES.
  De esta manera se realiza la calibración, verifique que los puntos de calibración tiene la misma identificación de los puntos calibrados. Para realizar la Verificación se debe arrancar el equipo con una corrida de esta manera se habilitaran los iconos, que permitirán observar en la opción Graphs, si la curva de calibración está cargada, por lo tanto Corra un blanco o una línea base. Que permitirá

  habilitar el icono Tabla de componentes.

- Mostrar las curvas de calibración

  Hacer clic sobre la tabla de componentes en <Graphs> o seleccionar Method / Calibration / Graphs. En esta ventana aparecen los resultados de la calibración junto con la curva de calibración para cada componente. Aquí se pueden introducir también los parámetros para el cálculo de la curva de calibración, y se visualiza la fórmula utilizada para la calibración de la curva. Seleccionar el componente deseado en el campo Component, cuya curva de calibración deba mostrarse (p. ej. Cloruro).

- Tras la calibración del sistema genere el Reporte. Exportar informe. Seleccione uno de los cromatogramas de los niveles de calibración. Hacer clic sobre Ajuste de informe. Seleccione como se indica en la imagen y asegúrese que selecciono la opción de resultados de calibración. Oprima Accept.



Proceda de la misma forma para procesar las muestras; como las muestras no se calibran, ni se modifican los cromatogramas de las muestras se identifican con la fecha y la hora (año -mes – día).

- Imprimir informe

Dar clic o en **file / print** oprima Aceptar. Aparece la ventana estándar para la impresión, en la que se deben seleccionar la impresora, el área de impresión y el número de copias. Después de confirmar con <OK> se imprimen los resultados inclusive cromatograma.

Una vez terminado el procesamiento y análisis de muestras proceda a:

- Finalizar el programa «761 Compact IC»

761 COMPACT IC / File / Exit

También se puede finalizar el programa haciendo clic en la esquina superior derecha de la ventana principal 761 COMPACT IC.

Al cerrar el sistema una vez realizada la **calibración Guarde** todos los cambios. **Si NO** Sea realizado la calibración y va a cerrar el programa **No guarde los cambios**.

- **Anomalías y su eliminación**

Anomalía	Causa	Eliminación
Línea de base muy dislocada, pulsación.	• Válvulas de bomba sucias. • Juntas de émbolo defectuosas.	• Limpieza de las válvulas (véase Cap. 5.1.5) del Manual del Equipo. • Recambio de las juntas del émbolo (véase Cap. 5.1.5) del Manual del Equipo.
Corrida de la línea de base.	• Todavía no se ha alcanzado el Equilibrio térmico. • Fuga en el sistema.	•Acondicionar el sistema con la calefacción Conmutada. • Controlar las conexiones y hermetizar. •Cerrar mejor el depósito de eluyente.
Sensible caída de la presión	• Fuga en el sistema	• Controlar las conexiones y hermetizar.
Sensible incremento de la presión	• Suciedad del filtro en la unidad De filtración PEEK 6.2821.120. • Suciedad del filtro de entrada a La columna. • Modificación del empaque de columna por inyección de Muestras sucias.	Limpiar o recambiar el filtro 6.2821.130 (véase Cap. 2.3.6) Manual Equipo • Limpiar o recambiar el tamiz/los tamices de Acero 6.2821.020 • Regeneración de la columna (véase Cap. 5.1.1) Manual Equipo o recambiarla. Nota: Las muestras deberían someterse siempre a una Microfiltración.
Cromatogramas con deficiente resolución, modif. De los tiempos de retención.	Deficiente eficacia de separación de la columna CI.	Regeneración de la columna (véase Cap. 5.1.1) Manual del Equipo, o recambiarla.
Expansión extrema de los picos (picos dobles)	• Volumen muerto en los extremos de columna.	• Rellenar la columna con perlas de vidrio (Ø ≤ 100 µm) o recambiarla.
No se bombea solución de regeneración o de limpieza para el supresor.	• Presión muy baja. • Fuga en el sistema. • Tubo de bomba defectuoso. • Filtro de la unidad de filtros PEEK 6.2821.120 atascado. • Demasiada contrapresión en el Módulo supresor.	Ajustar correctamente la presión de apriete (véase Cap. 2.9.2) Manual equipo. • Controlar las uniones. • Cambiar el tubo de bomba (véase Cap. 5.2.9) Manual Equipo. • Cambiar el filtro 6.2821.130 (véase Cap. 2.3.6) Manual Equipo. • Limpiar el supresor o cambiar (véase Cap.5.2.6…5.2.8) Manual Equipo.

- **Mensajes de Estado.**

Checking on-line:	Se verifica la conexión entre ordenador y 761 Compact IC.
On-line:	Conexión entre ordenador y 761 Compact IC en orden.
Upload Startup Values:	Valores iniciales del sistema se cargaron en el 761 Compact IC.
Initialization:	Inicialización del hardware o del sistema.
Ready:	El sistema está listo para el inicio de una nueva determinación.
Starting:	Se inicia el programa o el registro de datos.
Running:	Programa o registro de datos en ejecución.
Running program (xxx min left):	Programa de tiempo en ejecución (entre paréntesis: tiempo restante).
Waiting for INJECT :	Esperar a "INJECT" para iniciar el programa de tiempo y/o el registro de datos.
INJECT done:	La válvula de inyección se conmutó a "INJECT".
Finished:	Determinación finalizada.
SHUTDOWN:	El equipo se desconectó.

- **Mensajes de error**

Detection of hardware failed	Conexión interrumpida entre ordenador y 761 Compact IC o aparato desconectado (controlar el cable de unión o encender el aparato).
LEAK DETECTED	El detector de fugas ha descubierto una fuga (controlar las conexiones).
E1	Checksumm de programa errónea (llamar al servicio técnico de Metrohm).
E2	RAM defectuoso (llamar al servicio técnico de Metrohm).
E200	Ajuste del aparato no válido (llamar al servicio técnico de Metrohm).
E237	Memorización de los valores de configuración fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E238	Memorización del número de aparato fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E240	EEPROM defectuoso (llamar al servicio técnico de Metrohm).
E258	Memorización de los valores Setup fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E295	Memorización de valores fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E296	Aparato parado (arrancar de nuevo el aparato; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E297	Memorización de valores Remote fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).

E298	Memorización de la corrección del flujo fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E299	Memorización de los tiempos de frenado fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E300	Bomba de alta presión defectuosa (conectar de nuevo la bomba; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E301	Válvula de inyección bloqueada (controlar la válvula de inyección; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E302	Módulo supresor bloqueado (controlar el supresor; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).
E303	Memorización de los datos de mantenimiento fallida (repetir la última acción; si el error aparece de nuevo, llamar al servicio técnico de Metrohm).

9. DIAGRAMA

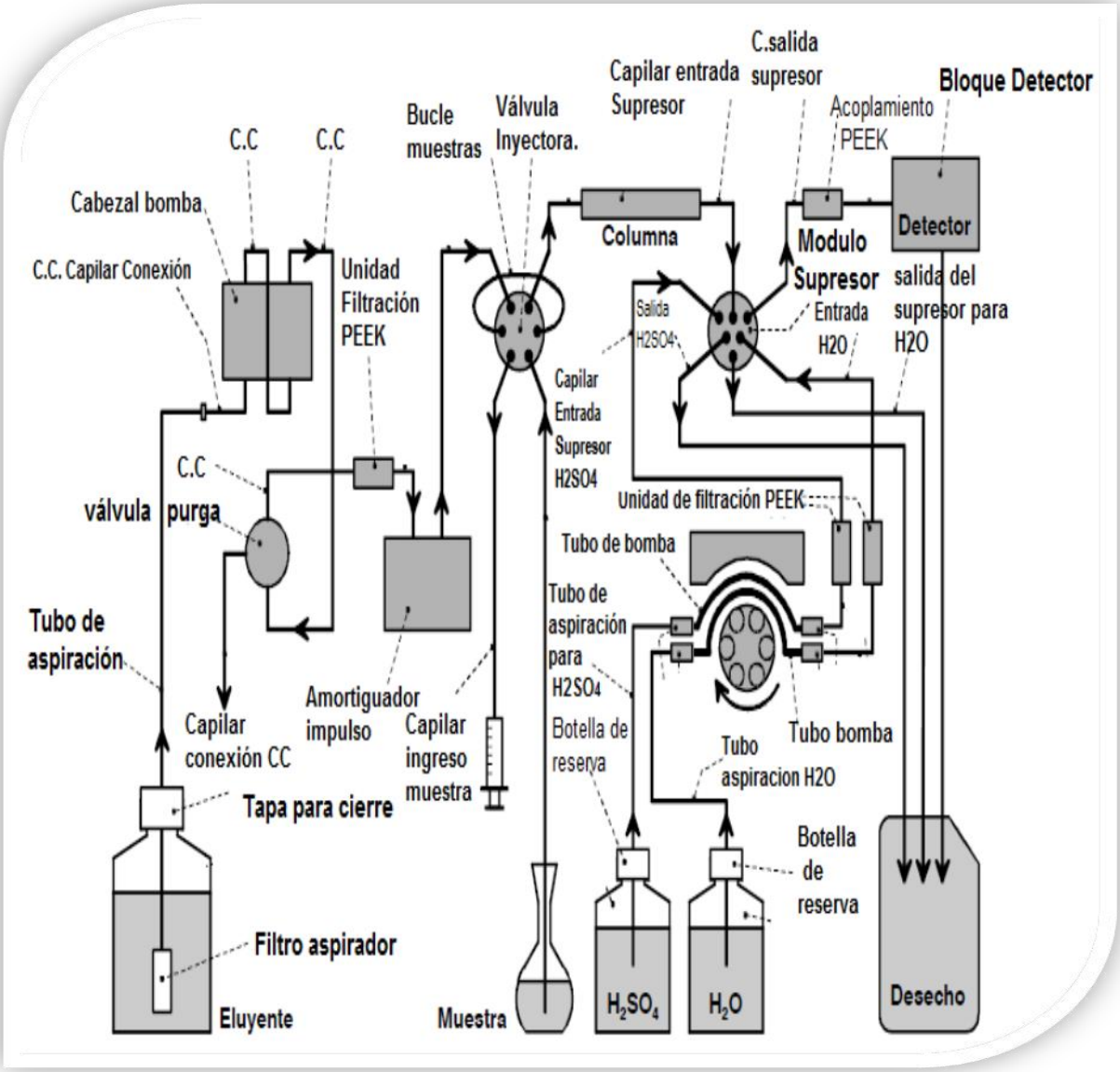
Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Manual Metrohm, 761 compact IC Instrutions for use.
- Manual Metrohm, 813 compact Autosampler.
- Metrohm, Monograph Ion Chromatography.
- Anexo pantallazos para el uso del Equipo.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base en la nueva estructura del SGI

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Luz Adriana Ruiz Araujo Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Carlos Martín Velásquez Ramírez** Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Nelson Omar Vargas Martínez** Subdirector de Hidrología

ANEXO 1. Diagrama