1. OBJETIVO

Establecer los lineamientos para el manejo operativo y puesta en funcionamiento del Analizador de Mercurio Directo Tri-cell. DMA-80 Milestone.

2. ALCANCE

Inicia con la descripción de las partes básicas, puesta en funcionamiento, programas de operación del DMA-80 configuración del Analizador de Mercurio Directo, Tri Cell DMA-80, operación general, métodos, calibración, sistema, medición de muestras, configuración de la balanza, mensajes de estado, errores, Easy-Doc, directrices sobre mantenimiento e información técnica, hasta el apagado del Analizador de Mercurio DMA-80. Está dirigido al personal autorizado del Laboratorio de Calidad Ambiental (LCA).

3. DEFINICIONES

- DMA-80: Equipo que permite analizar mercurio directamente a través de la descomposición térmica de la muestra, la amalgamación con mercurio y la detección de absorción atómica. Las muestras pueden ser sólidas, liquidas o gaseosas, y no requieren previo tratamiento.
- Catalizador: Tubo de cuarzo el cual aumenta la velocidad de la reacción química, debido a la participación de una sustancia llamada catalizador en este se eliminan las interferencias de la matriz y reduce toda especie de mercurio a mercurio elemental (Hg^0).
- Pirolisis: Descomposición química de la materia orgánica y todo tipo de materiales, excepto metales y vidrio, causada por el calentamiento a altas temperaturas. Involucra cambios simultáneos de composición química y estado físico, los cuales son irreversibles. En este caso, no produce ni dioxinas ni furanos. La descomposición se traduce en cenizas.
- Amalgamador: Tubo con 2 juntas de silicona que contiene una amalgama que resulta de la aleación del mercurio con oro.
- Espectrometría de absorción atómica: Es una técnica para determinar la concentración de un elemento metálico determinado en una muestra. Consiste en la medición de especies atómicas por su absorción a una longitud de onda determinada. La especie atómica se logra por atomización de la muestra, la atomización nebuliza la muestra en forma de aerosol, para ser determinada.
- Mercurio: El mercurio es un metal pesado, líquido y denso de color plateado inodoro a temperatura ambiente, su densidad a 20°C es de 13,5955 g / cm^3. Es insoluble en agua y soluble en ácido nítrico. Cuando aumenta su temperatura por encima de los 40 °C, produce vapores tóxicos y corrosivos, más pesados que el aire. Es dañino por inhalación, ingestión y contacto: se trata de un producto muy irritante para la piel, ojos y vías respiratorias. Es incompatible con el ácido nítrico concentrado, el acetileno, el amoníaco, el cloro y los metales.
- Flujo-metro: Medidor de flujo externo para control de flujo de oxígeno. (El flujo debe estar entre 6-8 psig).

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Utilice los elementos de protección personal, para operar el equipo. Bata, Guantes de nitrilo y gafas. Revisar el Manual del sistema en seguridad y salud en el trabajo – SGSST E-SGI-ST-M001.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 EQUIPOS

- Analizador Directo de Mercurio DMA-80 Milestone tri-celda.
- Terminal 660 Controlador de grado industrial de pantalla táctil. (opcional si no se cuenta con computador).
- Compresor de aire DMA-80 Milestone.
- CPU Pentium III 800.

5.2 MATERIALES

- Barco o celda de cuarzo para muestra. (consumible). Referencia: DMA8347.
- Medidor de flujo. Referencia: DMA8385.
- Stand para barcos de muestra. (utilizado para pesar en la balanza). Referencia: DMA0464.
- Catalizador completo en tubo de cuarzo (consumible). Referencia DMA8333.
- Amalgamador completo con dos conexiones (2 Juntas de silicona) (consumible). Referencia: DMA8134.
- Trampa de mercurio DMA-80. (consumible). Referencia: 70200.
- Lámpara tri-celda DMA-80 (consumible).
- Bobina de calentamiento para amalgamador (consumible). DMA-8058/B.
- Serpentín de calentamiento para secado / ceniza (consumible). DMA8043.

5.3 REACTIVOS

- Ácido clorhídrico diluido al 5%.
- Agua ultra pura tipo I.
- Para la activación se requiere tener harina de trigo, y agua tipo I; para verificar la estabilidad y funcionamiento adecuado un estándar acuoso fresco de 100ppb de mercurio = 0,1mg/L = 100µg/L.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Para evitar interferencias y limitaciones en la correcta operación del Analizador Directo de Mercurio DMA-80 Milestone tri-celda, se debe tener en cuenta lo siguiente:

- El sistema DMA-80 debe instalarse en un lugar bien ventilado y libre de polvo, libre de vapores ácidos o de una atmósfera química altamente corrosiva. Los vapores agresivos pueden atacar el sistema a través de sus rendijas de ventilación y causar daños graves a las placas electrónicas, enchufes, etc. La ubicación óptima es en una habitación con aire acondicionado con aproximadamente 20 ° C (± 3 ° C).

- El sistema DMA controla en todo momento el giradiscos (Auto-muestreador). Cuando se inicia el software, buscará y encontrará la posición de referencia (doble orificio en la bandeja en la posición 31).
  Al sacar la bandeja de muestras interferirá con el sensor de luz de posición y el software mostrará el mensaje de error. Esto significa que la posición de la plataforma giratoria ya no es conocida por el sistema. Verifique que la plataforma giratoria esté insertada correctamente e inicialice la unidad con **INIT**. Durante la inicialización del auto-muestreador, si la posición de referencia del giradiscos (doble orificio en la posición 31) no se encuentra dentro de un giro completo (360 °), se muestra el error de calibración. Asegúrese de que la bandeja de muestras esté insertada correctamente y reinicie el equipo haciendo clic en el botón de inicio **"INIT".**
- Si los materiales dentro del equipo se prenden, mantenga la cavidad cerrada, apague el equipo y desconecte el cable de alimentación o apague el fusible o el cortacircuitos.

- Las reacciones en las que pueda haber riesgo de explosión o que sean extremadamente exotérmicas no se deben realizar con el sistema.

- El equipo debe operarse en lugares donde las fluctuaciones de la tensión de alimentación principal no excedan los valores de 1.10 veces la tensión nominal y no estén por debajo de 0.90 veces la tensión nominal. El equipo solo se debe utilizar en lugares donde las sobretensiones transitorias en el suministro principal no excedan los valores de la categoría de sobretensión II especificada en IEC 60364-4-443.

- Si la unidad no se ha utilizado durante mucho tiempo, se sugiere llevar a cabo el procedimiento de activación.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Para asegurar la calidad de los resultados, es necesario que el Analizador Directo de Mercurio DMA-80 Milestone tri-celda cuente con el mantenimiento preventivo de acuerdo a la periodicidad especificada en los programas de mantenimiento del laboratorio, garantizando la precisión y exactitud de las mediciones realizadas.

8. DESARROLLO

El DMA-80, es un analizador directo de mercurio que emplea el principio de descomposición térmica, amalgamación y absorción atómica. El espectrofotómetro consta de una lámpara de mercurio de baja presión, un paso óptico dual, tres celdas de diferente sensibilidad, y dos foto-detectores UV.

En este equipo, la muestra no requiere tratamiento previo, permite determinar mercurio en un amplio rango de concentraciones sobre una grande variedad de matrices.

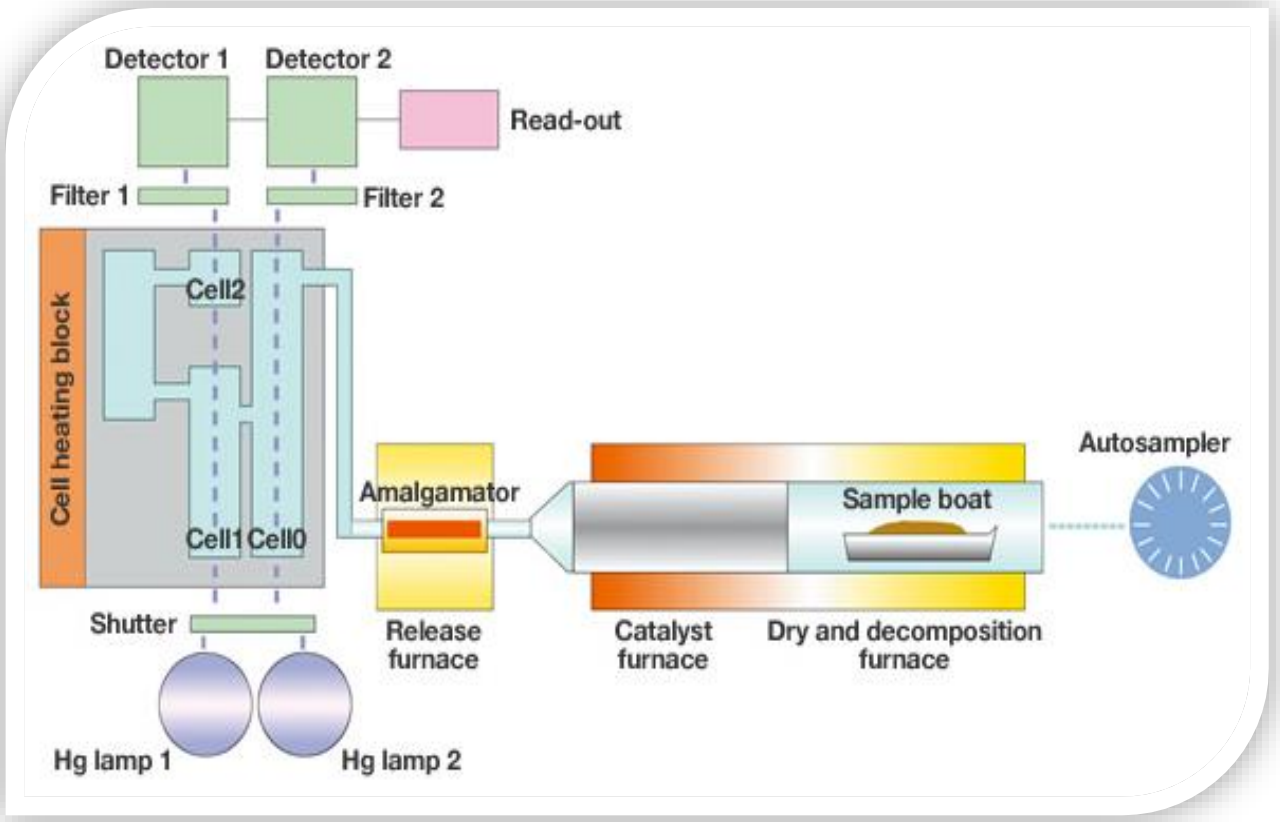
Componentes Principales necesarios para el DMA-80

- Compresor de aire: generador de aire puro.
- Trampa para Hg.
- Balanza analítica.
- Computador o terminal 660.

Principio de funcionamiento.

La muestra se pesa en un bote o celda de cuarzo la cual tiene una capacidad máxima de 1,5 gramos de sólido o 1,5 ml de líquido, el peso de la muestra se transfiere automáticamente desde la balanza analítica al DMA-80 o puede introducirse manualmente. La celda de cuarzo es colocada en el auto muestreador automático del equipo que tiene 40 posiciones; la muestra dentro del sistema es secada y térmicamente descompuesta en un horno rico en oxígeno.

El mercurio y otros productos de combustión son liberados de la muestra y transportados al catalizador donde se eliminan las sustancias interferentes como los halógenos, el nitrógeno o los óxidos de azufre. En un horno a parte el mercurio es atrapado selectivamente por la amalgamación de oro, mientras que otros subproductos de la combustión son eliminados. El horno de amalgamación se calienta y el vapor de mercurio se libera rápidamente. Finalmente, el



mercurio se transporta a múltiples celdas de medición situadas a lo largo de la trayectoria óptica del espectrofotómetro midiendo cuantitativamente por absorción atómica a una longitud de onda de 253,65 nm.

La absorbancia medida es proporcional al contenido de mercurio en la muestra y es cuantificado mediante interpolación en una curva de calibración.

ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DMA-80

DMA-80	Tri Cell
Principio	Descomposición térmica de muestra, amalgamación, absorción atómica
Tiempo típico de análisis	5 minutos
Carga de muestra	
Auto muestreador	Placas integradas de 2 x 40 con carga de muestras "sobre la marcha"
Tipo de muestra	Sólido, líquido y gaseoso
Max. peso de muestra (sólido)	1,5 gramos
Max. volumen de muestra (líquido)	1,5 mL
Gas portador	Aire u oxigeno
Presión de entrada	4 bar
Flujo	Ca. 100 ml / minuto
Barco de muestra	Múltiples materiales disponibles (cuarzo)
Horno de combustión	Tubo de cuarzo lleno de catalizador con zona de doble temperatura.
Temperatura de combustión	Tiempo de temperatura y tiempo en programas de temperatura
Detección de mercurio	
Fuente de luz	lámpara de mercurio de baja presión
Longitud de onda	253,65 nm
Detector	Dos fotodiodos mejorados con UV
Límite de detección	0,001 ng Hg
Rango de trabajo	0,01 ng to 1500 ng Hg
Precisión típica	< 1,0% @ 10 ng Hg
Calibración	Soluciones estándar y materiales de referencia certificados
Pre-concentración	hasta 10 veces
Terminal 660	Controlador de grado industrial con pantalla táctil de 6,5 "con resolución VGA de 64,000 colores 640x480 para un gráfico de proceso nítido 5 puertos USB para impresora, teclado, mouse, dispositivos de almacenamiento y otros periféricos externos 1 puerto RS-232 para la interfaz de balance analítico 1 LAN para conexión de red
PC (requisitos mínimos)	CPU Pentium III 800 RAM 256 MB 20 MB de espacio libre en el disco duro 1 puerto USB 1 lector de CD-ROM Windows 7, XP o Vista
Dimensiones	800 (w) x 420 (d) x 300 (h) mm
Peso	56 kg
Fuente de alimentación	**110-230 V, 50-60 Hz**
Análisis directo de gases	Bloque de inyección para la entrega de muestras y la bomba de vacío, Tiempo de análisis de aproximadamente 3 minutos por muestra. Amplio rango dinámico (de 0,01 a 1500 µg / m3)
Análisis indirecto de gases	Por trampas absorbentes de mercurio
Métodos estándar	Método EPA 7473 (Mercurio en sólidos y soluciones por descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica). Método ASTM D-6722-01 (Método de prueba estándar para el mercurio total en residuos de combustión de carbón y carbón por análisis de combustión directa). Método ASTM D-7623-10 (Método de prueba estándar para el mercurio total en petróleo crudo utilizando amalgamación de combustión-oro y método de absorción atómica de vapor frío).

Rangos de trabajo del DMA-80 Tri Celda

Rango	Sólidos y líquidos (ng)		Gases (µg/m³)
Bajo	0,015ng a 10ng	(0,15 µg/Kg – 100 µg/Kg)	0.015 a 10
Medio	10ng a 20ng	(100 µg/Kg – 200 µg/Kg)	10 a 20
Alto	20ng a 1200 ng,	(200 µg/Kg – 12000 µg/Kg)	20 a 1200

Rango bajo
0, 15 µg/Kg = 0.00015 mg/L (ppm) - 100 µg/Kg = 0.1 mg/L (ppm)
Rango Medio
100 µg/Kg = 0.1 mg/L (ppm) - 200 µg/Kg = 0.2 mg/L (ppm).
Rango Alto
200 µg/Kg= 0.2 mg/L (ppm) – 12000 µg/Kg = 12 mg/L (ppm).

‘‘cálculos realizados para 100mg = 100 ml de muestra”.

Especificaciones técnicas del compresor:

- Voltaje: 110/60 Voltios / Hz.
- Presión máxima: 100 PSI (7 bar).
- Presión de funcionamiento: 70-100 PSI (5-7 bar).
- Nivel de ruido: 57 decibelios.
- Tamaño del tanque: 6 L.
- Dimensiones: CA 88 x 24 x 57 cm; purificador: 25x22x34 cm.
- Peso: CA 48 Kg; purificador 6 Kg.

8.1 PARTES BÁSICAS

8.1.1 Vista frontal

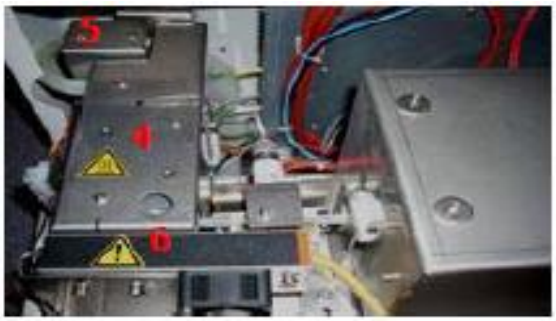
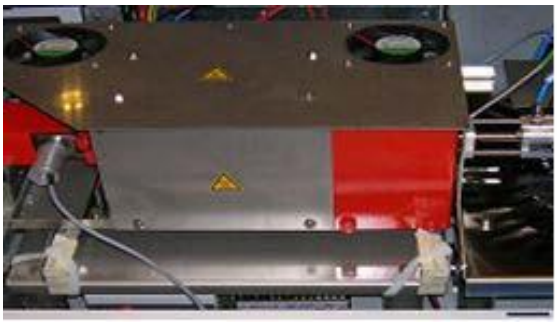
La siguiente imagen muestra la vista frontal del DMA-80. Puede observar el interruptor de alimentación principal (1), el auto-muestreador (2) y el bloqueo de la carcasa del chasis (3). La Terminal 660, la llave USB (4).

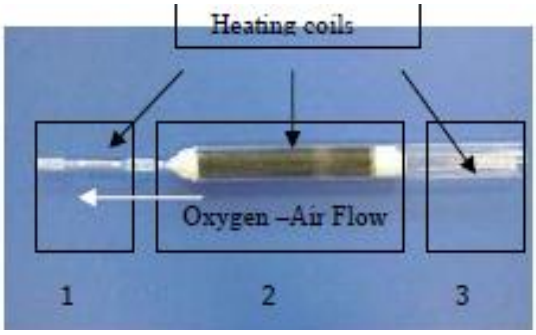
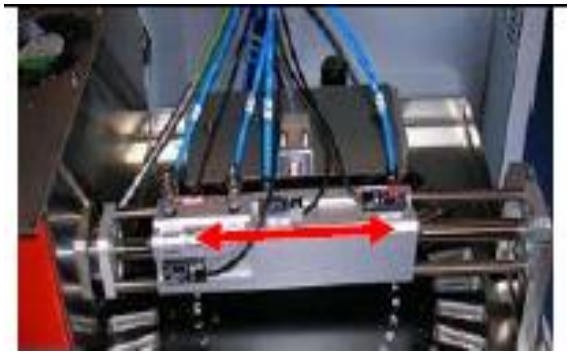
8.1.2 Vista lateral trasera

Una visión general de la parte trasera del DMA-80 se muestra en la imagen: 1) Puerto RJ45 para la conexión con la Terminal 660. 2) Conexión del cable de alimentación 3) llave USB. 4) Número de serie del instrumento y Información técnica.	
En la vista trasera de la Terminal: 5) puerto LAN para la red. 6) conexión USB 4x para impresora o teclado o ratón. 7) Video. 8) Conexión del dispositivo. 9) Puerto RJ45.	
En el lado derecho del DMA-80, la salida de escape (10). Para la trampa de mercurio.	

8.1.3 Vista interior

La imagen muestra la vista interior del hardware del DMA-80.	
DMA-80 Ducon Cuvette 1. cubo de Ducon (dos celdas). 2. Detector. 3. Lámpara Hg.	

Cubeta Tricell DMA-80 4. Cubeta Tricon (tres celdas) 5. n. 2 detectores 6. Lámpara Hg	
El sensor de temperatura infrarrojo a la izquierda controla la temperatura del amalgamador.	
El termopar ATC a la derecha controla la temperatura de secado / descomposición.	
Horno de catalizador	

La imagen muestra cómo el amalgamador y el catalizador están conectados dentro del módulo del horno catalizador. Observe dónde se encuentran los serpentines de calentamiento: 1) cubre el amalgamador, 2) está alrededor del tubo de catalizador, y 3) cubre el extremo del tubo de catalizador.	
Medidor de flujo externo para control de flujo de oxígeno. Durante el funcionamiento normal no está conectado (propósito del servicio). (el flujo debe estar entre 6-8 psi)	
Actuador neumático vertical.	
Actuador neumático horizontal.	

8.1.4 Terminal 660

Tiene un monitor en color de alta resolución con función de pantalla táctil, provisto de superficies de conmutación para crear, ejecutar y guardar programas DMA-80.

TERMINAL 660

DMA80 PC software

El terminal se maneja tocando las superficies de conmutación de la pantalla táctil. El software DMA-80 está firmemente instalado en la memoria principal del terminal. La creación de métodos en el Terminal es compatible tanto con el modo gráfico como con el modo de entrada numérica. El software del DMA-80 ya está instalado en el terminal.

Esta se utiliza en caso en que no se cuente con un Computadora personal. Los requisitos mínimos del computador son:

• CPU Pentium III 800.
• RAM 256 MB.
• 20 MB de espacio libre en el disco duro.
• 1 puerto USB, 1 lector de CD-ROM, sistema operativo Windows 7, XP o Vista.

8.2 INICIO

Conectar el DMA-80 a una corriente eléctrica de 110-230 V, 50-60 Hz. Compresor, balanza analítica y PC a 110/60 Voltios / Hz.

8.3 PUESTA EN FUNCIONAMIENTO

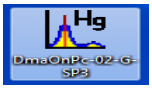
Una vez el equipo DMA-80 y los equipos complementarios: compresor y balanza estén conectados a una corriente eléctrica, siga la secuencia de encendido, como se indica a continuación:

8.3.1 Encender equipos Complementarios y Analizador de Mercurio Directo DMA-80 MILESTONE

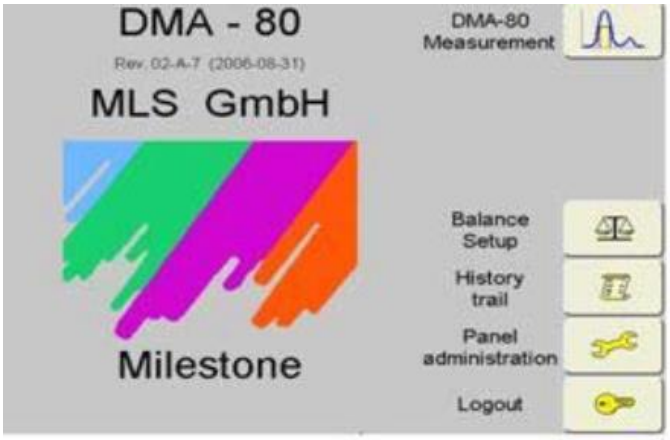
- Prender el Computador.
- Prender el compresor girando la perilla OFF - ON ubicada en la parte frontal, en el sentido de las manecillas del reloj. Verifique en la parte lateral derecha del compresor que la presión de salida se mantenga entre 5-7 bares (70 -100 psi). Abra el suministro de oxígeno si se encuentra cerrado; (por lo general esté siempre se mantiene abierto). **La presión de entrada de DMA-80 debe ser de 400 kPa; 4 bar (60 psi)**.
  Si esto no es así realice lo siguiente: Al abrir el flujo de oxígeno para evitar daños en el diafragma del regulador, abra la válvula del tanque solo cuando la unidad DMA-80 y el PC estén comunicándose, y realice el ajuste a la presión de 0 a 4 bar (60 psi) Solamente si no se encuentra en los 60 psi.

Compresor: la presión de salida debe estar en 5-7 bares (70 -100 psi).	La presión de entrada de DMA-80 debe ser de 400 kPa; 4 bar (60 psi).

- Prender el DMA-80 pulsando el interruptor de alimentación principal ubicado en el extremo inferior derecho del panel frontal.

Abrir el programa con doble clic en icono  DmaOn Pc-02-G-SP3; ubicado en el escritorio, para desplegar el cuadro de diálogo "Login" en él se mostrará el menú de inicio del software.
Cada nivel de acceso tiene diferentes derechos en el sistema y parámetros de control que no se pueden modificar.

Seleccione el nivel de Administrador e ingrese la contraseña: **123456** seleccione ok o enter.
Seleccione el nivel Usuario e ingrese la contraseña: **123**. Confirme con OK o enter.
.



Oprimir doble clic en la imagen que aparece en el cuadro de dialogo, en la esquina superior derecha, se escuchara un ruido que indica la conexión entre la unidad DMA-80 y el software del PC indicando que se estableció comunicación.

El interruptor de arranque en el software solo se activará cuando todos los sistemas de calefacción cuenten con a temperatura de funcionamiento. **El tiempo de precalentamiento es de aprox. 15 a 20 minutos.**
Al iniciar el software, se inicializará simultáneamente la unidad DMA-80, es decir, todas las funciones estarán en modo de espera; modo operativo.

⇒ La bandeja de la muestra automática se inicializa y se lleva a la posición de inicio.
⇒ Todos los calentadores se llevan a la temperatura de inicio.

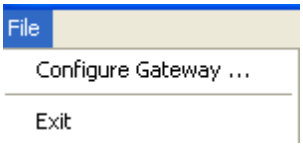
El reloj de arena en Inicio

significa que aún no se han alcanzado los parámetros de equilibrio.
Una vez desaparezca el reloj de arena, y el equipo haya alcanzado las temperaturas y las condiciones óptimas se puede dar clic en

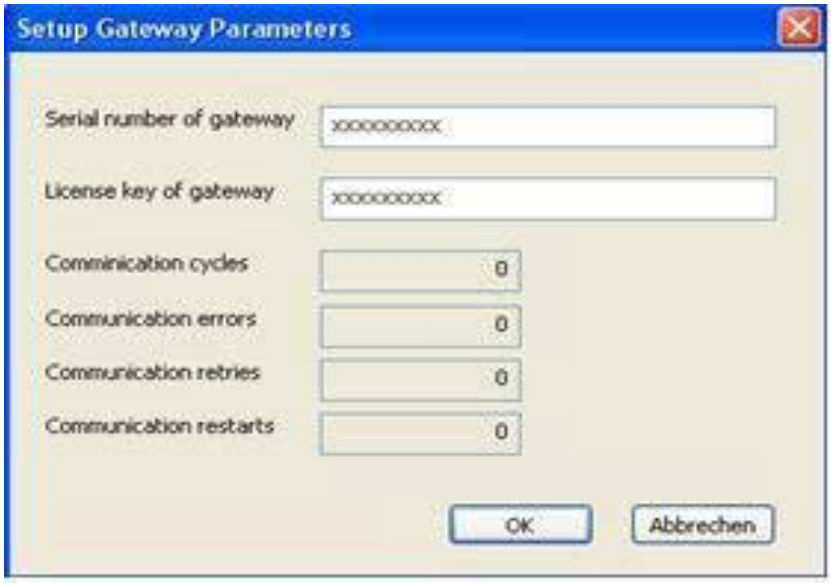
.

Nota: Si no se logra establecer comunicación con el software, y no aparece el botón "**DMA-80 Measurements**" en el extremo superior derecho de la ventana de inicio; siga el siguiente procedimiento para restablecer la conexión:

⇒ Abra la opción File en el extremo superior izquierdo del menú inicio.
⇒ Seleccione Configure Gateway



El cuadro de diálogo Setup Gateway Parameters es desplegado



⇒ En Serial number… digite: AD024HX0.
⇒ En License key… digite: n0hov6dkrypzruq.
⇒ Confirme la información anterior pulsando OK.
El cuadro de diálogo es cerrado y la conexión es restablecida.

- Prender la balanza analítica para establecer comunicación con el software: encienda la balanza y permita que realice el ajuste automático. Tenga en cuenta el instructivo de manejo de la balanza; Pulse sobre **Login** y seleccione **Admin** en la ventana desplegada. Digite **1111** y pulse la tecla √ de verificación para establecer la comunicación con el software. Ubique el cursor en la celda de interés para agregar el peso, bajo la columna **Amount**, coloque en la balanza el Stand para barcos de muestra y una celda de cuarzo, tare y pese la muestra, cuando la lectura se estabilice, transfiera el dato a la celda seleccionada pulsando la tecla para entradas de la balanza (icono inferior de la columna derecha).

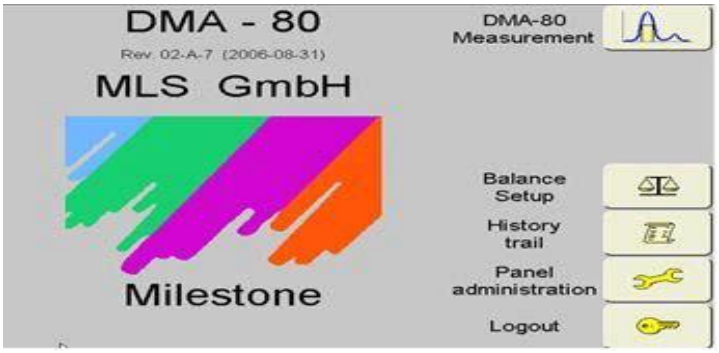
Nota: el peso de la muestra se puede ingresar de forma manual.

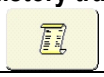
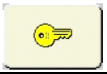
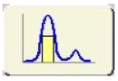
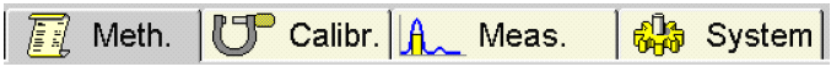
Realice el análisis correspondiente y asegúrese de haber seleccionado el método y la curva de calibración.

A continuación encontrara detalladamente , programas de operación del DMA-80 configuración del Analizador de Mercurio Directo, Tri Cell DMA-80, operación general, métodos, calibración, sistema, medición de muestras, configuración de la balanza, mensajes de estado, errores, Easy-Doc, directrices sobre mantenimiento e, hasta el apagado del Analizador de Mercurio.

8.3.2 Programa de control o panel de administración de software.

Después de iniciar sesión, se abre la página de inicio del DMA-80. (Escritorio de control de programas y administrador de software).



Funciones principales de control en la ventana de inicio.	
Sección	**Descripción/Función**
Balance set-up	**Configuración de balanza:** Permite realizar ajustes de comunicación para la balanza, los cuales se deben configurar sólo cuando se cambia a un nuevo tipo de balanza.
History trail 	**Historia de ruta:** Todos los cambios en el sistema son documentados de forma automática, por ejemplo, iniciar sesión, cierre de sesión, etc.
Panel administration	**Administración general:** Dedicada a los ajustes/configuración básica para la administración del software. Usuario administrador. Los ajustes básicos de mayor extensión están reservados para el soporte técnico.
Logout 	**Cerrar sesión:** Permite salir del sistema. La ventana Login aparece para que otro usuario pueda iniciar la sesión con su propia contraseña.
DMA-80 Measurements 	**Programa operativo: mediciones DMA-80:** Es el programa de operación de la unidad DMA-80 Tri Cell, propiamente dicho, y está dividido en cuatro menús principales: métodos, calibración, medidas, sistema. 

Método: El propósito es administrar los métodos. Los métodos pueden ser creados, modificados y eliminados. Los métodos especifican las temperaturas, el tiempo de secado, los intervalos de calentamiento, la descomposición y el tiempo de enjuague del programa de medición.

Calibración: El objetivo es administrar los archivos de calibración. A partir de un archivo de calibración, puede seleccionar los puntos de medición utilizados y especificar las curvas de regresión para cada cubeta o celda de cuarzo.

Medición: Aquí se especifica el programa para el análisis de Hg. La calibración que se utilizará se preselecciona en la calibración DMA-80. El proceso se puede monitorear en tiempo real. Los datos medidos previamente se pueden recuperar y mostrar en cualquier momento. Los resultados y las estadísticas (sobre los datos seleccionados) se calculan y pueden imprimirse.

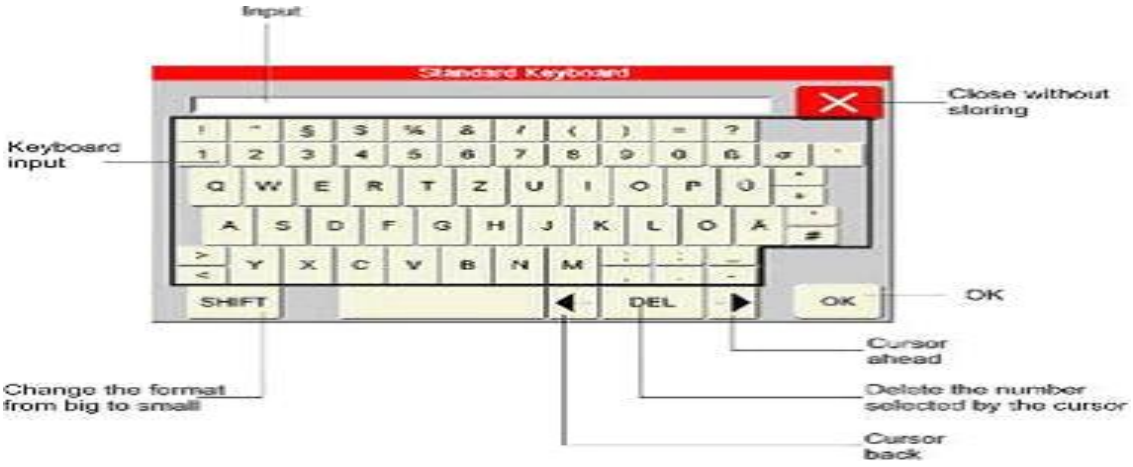
Sistema: Aquí el sistema está supervisado (muestreador automático, elementos de calentamiento, espectrómetro). El software se opera al hacer clic con el mouse en los diferentes campos de entrada.

8.3.3 Comandos de uso general

Botón	Función
	Crear nuevo archivo. Proporciona un nuevo archivo vacío. El archivo actual será borrado, por lo tanto, se debe guardar cualquier cambio antes de cerrarlo.
	Abrir un archivo ya creado.
	Guardar un archivo. Un nombre debe ser asignado al archivo antes de guardarlo.
	Imprimir un archivo. Permite configurar e imprimir informes de resultados.
	Ir atrás. El programa operativo actual es abandonado y se retornará a la pantalla de inicio. Es necesario guardar los cambios antes de salir.
	Pausa. La entrada es terminada sin guardar y la ventana activa es abandonada.
	Borrar archivo Borra el archivo seleccionado.
	Iniciar. Inicia un proceso de medición. Si aparece un reloj de arena, significa que primero debe terminarse un procedimiento previo (por ejemplo, calentamiento del horno y cubeta).
	Parar. La medición actual es interrumpida y el bote de muestra regresa a la bandeja del muestreador automático. Para restablecer el botón Start, se debe pulsar el botón Stop (rojo/verde).

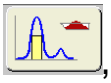
8.3.4 Entradas numéricas y de texto

En diferentes etapas de la configuración de un programa (método, tabla de muestra, etc.) es necesario introducir valores numéricos o un texto. Pulsando dos veces en el campo que se desea cambiar, aparece un teclado numérico.



También se puede seleccionar un campo en la tabla de interés; pulsar la tecla flecha izquierda y luego digitar/editar los números y/o texto requeridos.

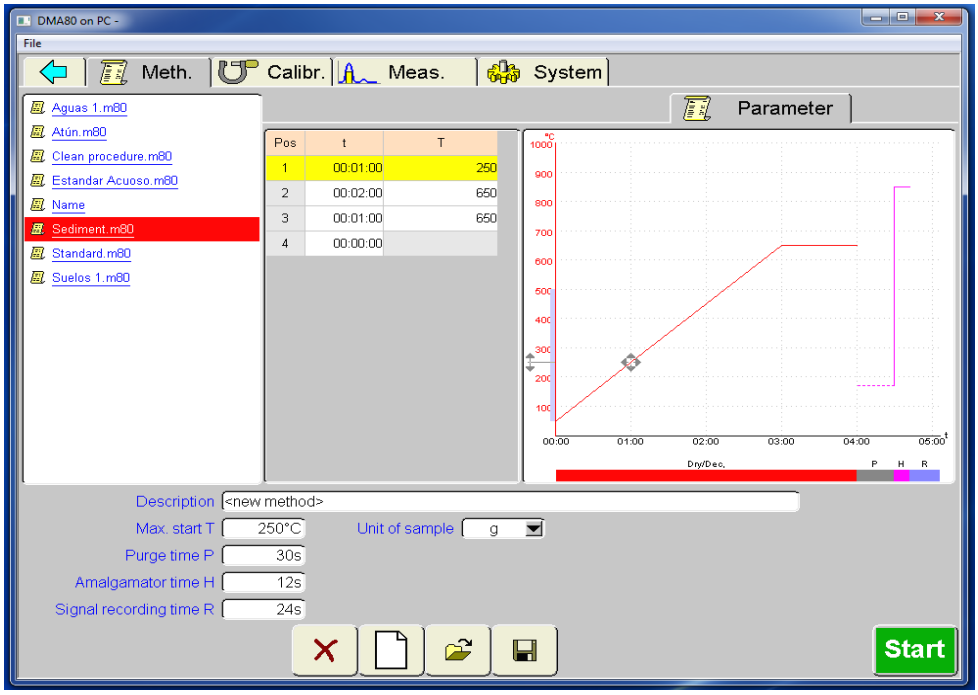
8.3.5 Programa de operación del DMA-80

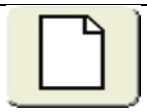
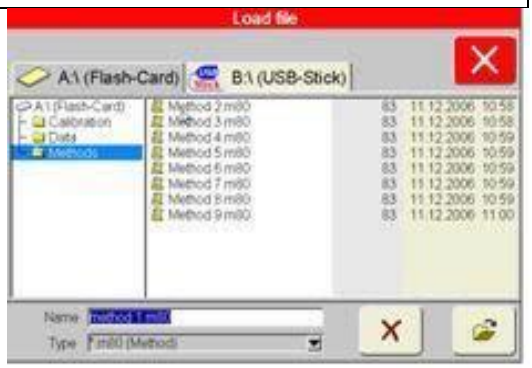
Pulsando el botón "***DMA-80 Measurements***"  , (ubicado en el extremo superior derecho de la ventana de inicio), se abre la ventana ***DMA80 on PC*** con cuatro menús principales que permiten configurar métodos, diseñar la calibración, realizar mediciones, y supervisar el funcionamiento del sistema DMA-80 Tri Cell, tal como se describe en las secciones siguientes.

8.3.5.1 Crear, abrir, guardar y borrar un método

Su propósito es administrar los métodos. Los métodos pueden ser creados, modificados, cargados o eliminados. Aquí se especifican las etapas y condiciones fundamentales que conforman un método de medición (temperatura, rampa de calentamiento, tiempo de descomposición, tiempo de calentamiento de la amalgama, tiempo de purga del proceso).

Es posible crear tantos métodos como desee. Solo los últimos métodos utilizados se pueden invocar directamente bajo la lista de menú Método actual. Todos los métodos se pueden abrir tocando el botón Abrir.



NUEVO MÉTODO: Para crear un nuevo método, abra un archivo de método vacío. El método actual se eliminará de la memoria principal. Por lo tanto, guárdalo antes de abrir un nuevo método.	
MÉTODOS ABIERTOS Para abrir uno de los métodos guardados en la Tarjeta Flash (Terminal 640/1640) o en PC.	
Seleccione el método de la lista. <u>DMA-80 con terminal</u> El nombre del método aparecerá en el campo Nombre. Toque el ícono Abrir y el método seleccionado se cargará en la memoria de trabajo, y luego la ventana se cerrará. **<u>DMA-80 con PC</u>** Toque el icono Abrir y el método seleccionado a través de C: \DMA80 \ Methods, el método se cargará en la memoria de trabajo y luego se cerrará la ventana.	
<u>GUARDAR MÉTODOS</u> Un método se puede guardar y recuperar en cualquier momento. Designa un nombre La terminación .m80 se agregará automáticamente. Toque el icono Guardar para guardar el método actual y cerrar la ventana. DMA-80 con PC: siempre guarde los métodos en **C: \ DMA80 \ Methods**	

ELIMINAR MÉTODOS Para borrar un método se debe pulsar el botón , seguir la ruta *C: \ DMA80 \ Methods*, seleccionar el método que se desea eliminar y pulsar la tecla Supr. Después de una solicitud para confirmar la decisión de eliminar, el método es borrado definitivamente.	

8.3.5.2 Parámetros de un método.

Un método se configura fundamentalmente en función de la rampa de temperatura para el horno secado/descomposición y otros parámetros básicos.

Rampa de Control para secado y descomposición

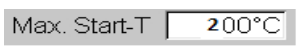
La descomposición de la muestra tiene lugar a altas temperaturas (> 600 ° C), para liberar el Hg contenido en la muestra. Para evitar pérdidas de muestra y salpicaduras de muestras liquidas, estos deben secarse antes de la descomposición.

Para muestras con alto contenido de agua, se recomienda comenzar un primer paso de secado a 200 °C. Las muestras que contienen líquidos con un punto de ebullición por debajo de 100 ° C requieren una temperatura por consiguiente más baja.

Inmediatamente después del secado, **la muestra se descompone** a alta temperatura (quemada en el flujo de aire). Una temperatura de 650 °C funcionó satisfactoriamente como temperatura de descomposición. Esta alta temperatura asegura una descomposición y liberación completa de mercurio. Solo a una temperatura suficientemente alta, todo el Hg se libera y se puede medir.

Ejemplo de control de rampa

Pos	t	T	
1	00:00:30	200	Drying
2	00:03:00	200	
3	00:01:00	650	Decomposition
4	00:02:00	650	

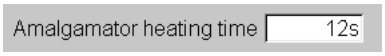
Máxima Temperatura de Inicio. 

La medición comienza sólo cuando la temperatura T1 (Horno de secado /descomposición) es inferior a la Máxima Temperatura de Inicio permitida (Max. Start-T); para no exponer los botes y la muestra a choques térmicos bruscos.

Tiempo de purga.

Es el tiempo transcurrido entre el final del secado/ descomposición y el inicio de la medición de Hg. La configuración estándar de purga es de 60 segundos.

Durante, y después de la descomposición, todos los gases son transportados por el flujo de aire hasta el catalizador y el amalgamador. El Hg es atrapado en el amalgamador y los otros gases son expulsados del sistema antes que el Hg sea medido.

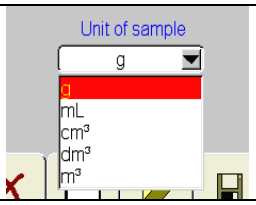
Tiempo de Calentamiento del Amalgamador. 

Es el tiempo requerido para calentar la amalgama y liberar completamente el Hg hacia la celda de absorción. La configuración estándar es de 12 segundos.

Tiempo de grabación.

Es el tiempo requerido para medir y registrar la señal. La configuración estándar es de 30 segundos.

Unidad de medida para la muestra. Es necesario asignar una unidad de medida apropiada, según el tipo de muestra.



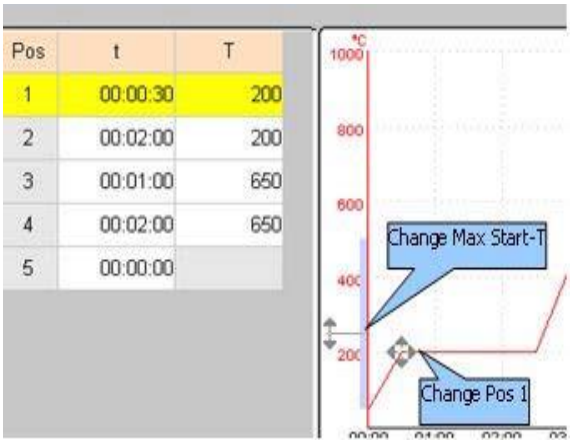
- Muestras sólidas: g
- Muestras líquidas: ml
- Muestras gaseosas: cm^3, dm^3 o m^3

Después de la modificación de la unidad, guarde el método.

Diagrama de entrada

Los Parámetros se pueden ingresar o modificar también gráficamente.

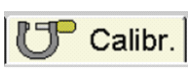
1. Seleccione la posición que se debe ingresar nueva o modificada.
La posición aparecerá con fondo amarillo.
2. Cambie la Temperatura T y el Tiempo.
3.halando las flechas en la dirección deseada.
Al hacer una nueva entrada en la posición 1, el primer valor que se especifica es el Tiempo (hale a la derecha), entonces se puede especificar Temperatura T (hale hacia arriba).
El tiempo t puede ingresarse en incrementos de 10 segundos, y la temperatura T en incrementos de 10 ° C.



Entrada gráfica

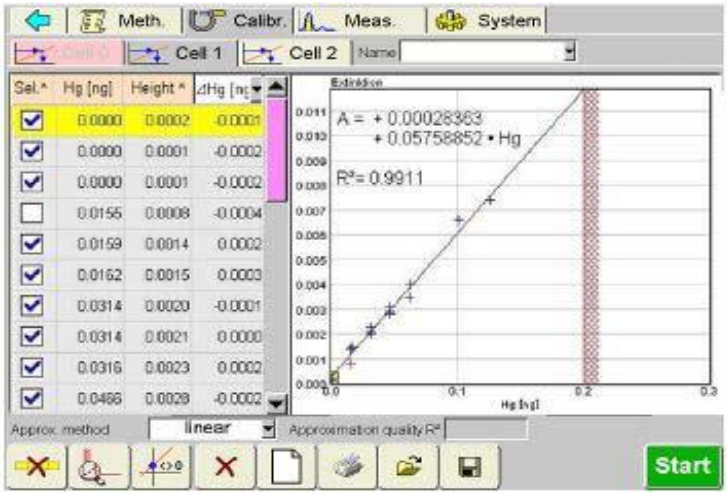
MÉTODOS DE IMPRESIÓN: El diagrama se puede imprimir antes de comenzar la medición en: Medida ⇒ Señal.

8.3.5.3 Calibración

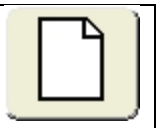


Este registro administra los datos de calibración. Se pueden abrir, crear y guardar diferentes archivos de calibración.

A partir de una tabla de calibración se pueden seleccionar los puntos a tener en cuenta en la calibración y luego especificar el algoritmo de regresión aplicable a cada rango (celda).



8.3.5.4 Crear, abrir, guardar y borrar una calibración

ABRIR NUEVO ARCHIVO DE CALIBRACIÓN Abra un nuevo archivo vacío tocando este icono. El archivo de calibración actualmente abierto se eliminará de la memoria principal. Por lo tanto, guarde el archivo actual antes de abrir uno nuevo.	
ABRIR ARCHIVO DE CALIBRACIÓN Toque el ícono Abrir para abrir un archivo de calibración almacenado desde el PC C: \ DMA80 \ Calibration. Seleccione la Tabla de muestra deseada de la lista. El nombre del archivo aparecerá en el campo Nombre. Toque Abrir para descargar el archivo en la memoria de trabajo y cierre la ventana.	
GUARDAR ARCHIVO DE CALIBRACIÓN Designa un nombre La terminación .m80 se agregará automáticamente. Toque el icono Guardar para guardar la Tabla actual y cerrar la ventana. DMA-80 con terminal: siempre guarde los archivos de calibración en C: \ DMA80 \ Calibration.	
ELIMINAR EL ARCHIVO DE CALIBRACIÓN Seleccione de la lista los archivos para cancelar. El nombre aparecerá en el campo Nombre. DMA-80 con terminal: toque el ícono y, después de una solicitud para confirmar, se borrará la calibración. Un método eliminado definitivamente se cancela. DMA-80 con PC: C: \ DMA80 \ Calibration, seleccione la calibración y elimine.	

IMPRESIÓN DE ARCHIVO DE CALIBRACIÓN Toque el icono Imprimir para abrir una vista previa del Informe de impresión. Toca nuevamente para imprimir el archivo de calibración.

8.3.5.5 Curvas de calibración según sensibilidad de la celda. CELDA 0 / CELDA 1 / CELDA 2

Una curva de calibración individual puede ser creada para cada una de las celdas secuenciales (0, 1 y 2).
La primera celda se utiliza para medir bajos contenidos de Hg (hasta aprox. 10 ng), la segunda para niveles medios (10-20 ng), y la tercera celda para medir alto contenido de Hg (hasta aprox. 1200 ng).

Se debe proporciona una curva de calibración individual para cada una de las Celdas secuenciales. Si la señal de la celda 2 es superior a 0,8 A (altura). El valor medido es por lo tanto inválido y no se evalúa. El máximo de la segunda señal se utilizará para calcular el resultado.

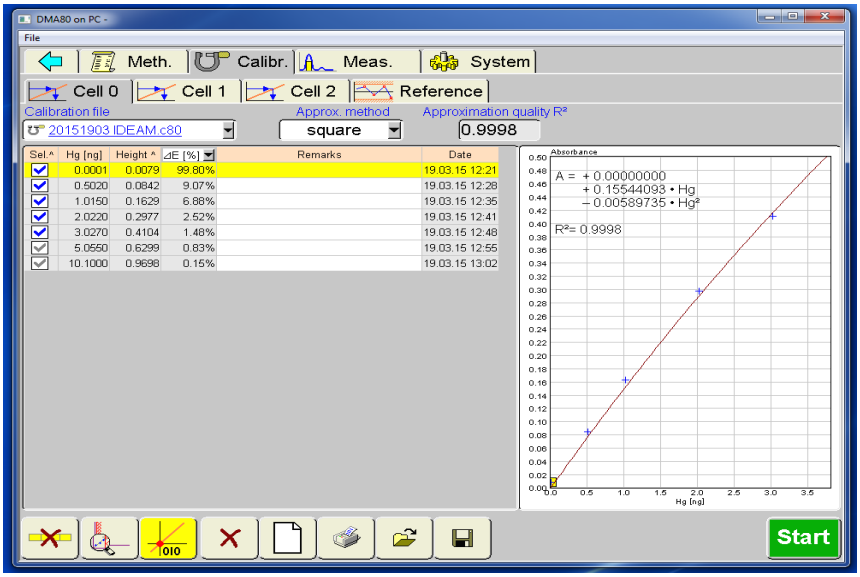
8.3.5.6 Descripción del archivo Calibración

En el eje X aparece el valor de Hg (ng) y en el eje Y la señal (Absorbancia). Los puntos señalados en azul en la tabla con una marca de verificación son incluidos en el cálculo de la curva de calibración. Pulsando dos veces sobre una casilla marcada desaparece la marca de verificación y ese punto no es considerado en el cálculo.

Los puntos de medición incluidos en el cálculo, que son nuevos puntos de calibrado y no están confirmados por el usuario (por ejemplo, guardar). Se encuentran Marcados en Rojo.
Los puntos de medición no están incluidos en el cálculo. No marcados en la Tabla. Se encuentran Marcados en gris.

La columna ΔE o ΔHg muestra el valor por el cual el valor medido se desvía de la curva de calibración. Dependiendo de la configuración del sistema, el error indicado es unidad [ng], Extinción o en%.

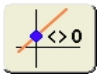
El coeficiente de determinación (R^2) se calcula a partir de las desviaciones de los valores medidos que se han calculado. Cuanto más cerca de 1 está el valor, mejor se adapta la curva de calibración a los valores medidos.



Registrar comentarios

Se pueden escribir comentarios sobre cualquier fila de la columna “Remarks”. La fecha y hora son registradas automáticamente. Se puede colocar las notas pertinentes, **se recomienda colocar el nombre de la concentración del estándar que se utilizó para la realización de las curvas**.

La curva de calibración **Para la Celda 0 solamente**, puede ser adaptada para realizar análisis de ultra trazas. Un 40% del valor correspondiente al patrón más alto medido es añadido a la curva de calibración (Ventana de inicio panel Administration/ Settings/Setup 2). No se pueden interpolar concentraciones por encima de este valor. Esta opción sólo es aplicable a la Celda 0.

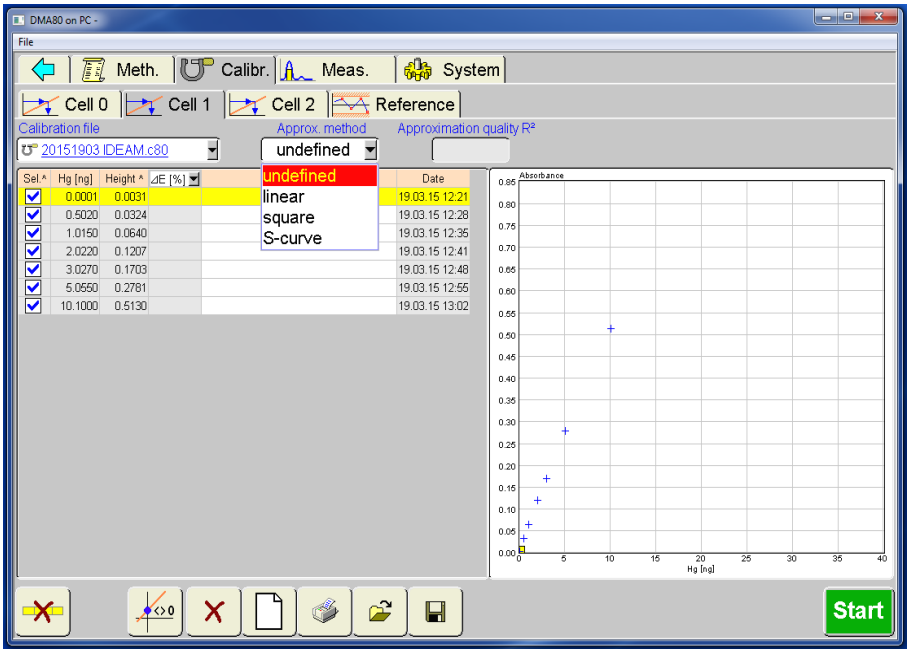
Ajuste al punto cero. Pulsando el botón 

se puede hacer pasar la curva de calibración por el punto cero (0,0). Normalmente se recomienda hacer pasar la curva de calibración por el punto cero; **excepto para el análisis de Ultra trazas**. (Ultra traza: elementos que se requieren en una dosis menor a 1 mg).

8.3.5.7 Métodos de calibración

La curva de calibración puede ser: lineal, cuadrática, o curva en "S", Dependiendo de la forma como se distribuyan los puntos experimentales.
Se requerirá cierto número de puntos para aplicar una calibración particular. Las calibraciones de tipo lineal, cuadrática o en forma de S exigen dos, tres o cuatro puntos como mínimo, respectivamente. Dependiendo de cómo se distribuyan los puntos de calibración, el programa requiere más puntos de medición que los mínimos necesarios para el cálculo.

Seleccionar la calibración que mejor se ajuste al patrón descrito por los puntos obtenidos. Esto se logra ubicándose en **"Approx. Method",** pulsando la "flecha abajo" y eligiendo una opción de la lista desplegada (lineal, cuadrática, o curva en "S"). Si la opción "undefined "es seleccionada, sólo se mostrarán los puntos medidos, pero no la curva correspondiente.



Lineal: se requieren un mínimo de dos puntos.

$$X_{ext} - X_{blanc} = \varepsilon 0 * X_{conc}$$

X ext - Valor medido en unidades de extinción (o áreas)
X blanc - Valor en blanco en unidades de extinción (o áreas)
X Conc. - Valor de concentración
ε 0, ε1, ε 2 - Factores de corrección

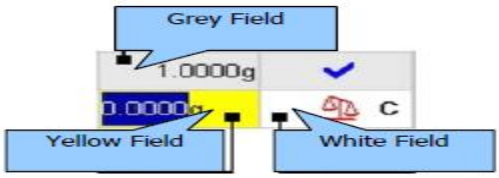
8.3.5.8 Medición

Aquí se establece y controla el programa específico para la medición de Hg. El proceso de medición puede ser monitoreado en tiempo real. Los datos previamente obtenidos se pueden seleccionar y visualizar en cualquier momento. Los resultados y estadísticas de los datos seleccionados se pueden imprimir.

El menú Meas (Measurement) está dividido en los submenús Sample, Links, Signal y Result, y permiten la ejecución del análisis propiamente dicho.

Condiciones válidas para todos los registros:

- Solo se pueden trabajar campos blancos.
- Los campos grises no se pueden trabajar ya que la muestra ya se midió. Sin embargo, es posible agregar comentarios y hacer estadísticas.
- Los campos amarillos están marcados y listos para la entrada.

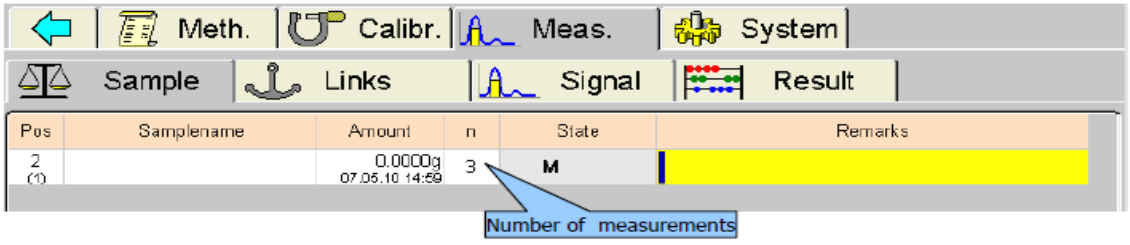


8.3.5.8.1 Sample – Muestra

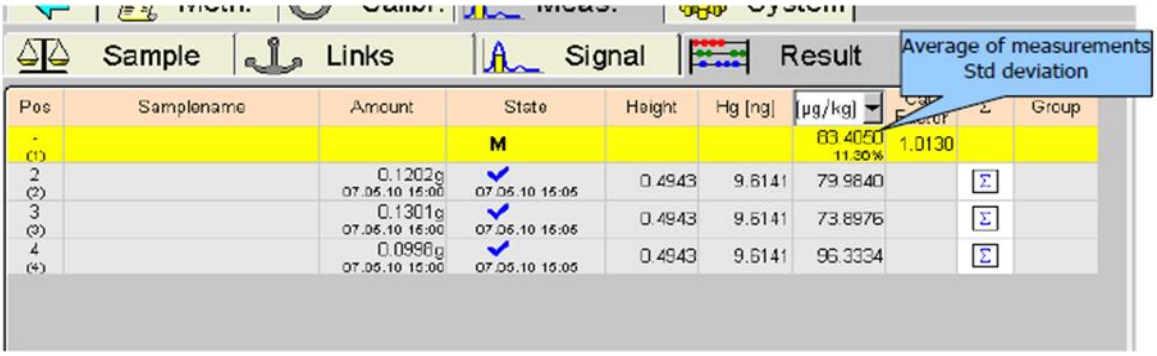
Abra un nuevo archivo vacío tocando este icono . El archivo de sample actualmente abierto se eliminará de la memoria principal. Por lo tanto, guarde el archivo actual antes de abrir uno nuevo.

Guarde la tabla de muestras. La terminación. d80 se agregará automáticamente. Tocando el ícono Guardar para almacenar la tabla actual en **C: \ DMA80 \ Data.**

En Measurement \ Sample hay una pequeña columna adicional n (= number). Desde aquí es posible activar múltiples medidas. Seleccione el número de medidas en la columna "n".



De esta forma, se agrega automáticamente el número correspondiente de líneas. El resultado final promedio con la desviación estándar relativa se muestra en el título de las mediciones múltiples. Los valores individuales se pueden deshabilitar eliminando el signo sigma.



Sample: Permite elaborar una secuencia analítica, identificar muestras, controles, y ejecutar el análisis.

La tabla de Sample está compuesta de submenús que se describen a continuación:

Tabla en el menú de muestra:

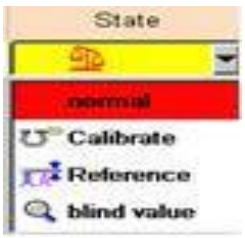
Pos	Samplename	Weight [g]	State	Remarks

Pos / Posición : Consta de dos números, por ejemplo 3 y (4); donde el primero indica la posición que ocupa la muestra en el auto-muestreador, y el segundo corresponde al orden de lectura en la secuencia analítica, y es asignado automáticamente. Pulsando sobre una fila de la columna Pos se puede digitar la posición que ocupa una muestra particular en el auto-muestreador.
Si se activa el procesamiento automático de muestras y se agrega una muestra, el número superior aumenta, es decir, se utiliza el siguiente número no ocupado, ya que en este modo las muestras se procesan sucesivamente de forma automática. Cada posición puede estar ocupada solo una vez.
En un archivo, las muestras se pueden procesar tanto en modo automático como en modo manual.

Las muestras líquidas se deben medir en modo Manual, ya que el mercurio puede evaporarse si la muestra permanece durante mucho tiempo en los barcos o celdas de cuarzo para muestras.

- **Sample Name - Nombre de la muestra:** el nombre es tomado de la línea anterior y puede ser editado según se requiera, pero sólo antes de la medición.

- **State – Estado:** Ingrese al menú de Estado para definir el tipo de muestra.



Normal. Utilizada para muestras desconocidas.

Calibrate. Utilizada para patrones de calibración. Una **C** aparece en la celda **seleccionada**.

Reference**.** Utilizada para una muestra de referencia. Una **R** aparece en la celda **seleccionada**.

Mediciones de referencia para garantía de alta calidad.

Las mediciones de referencia ahora están totalmente documentadas y representadas gráficamente en Calibración / Referencia.

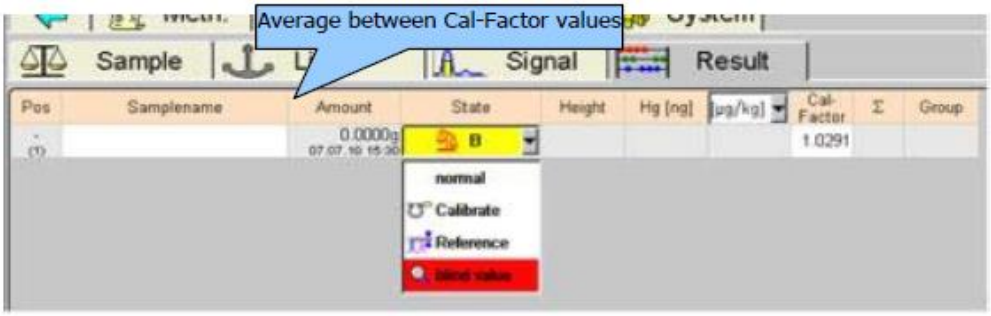
La tabla de las mediciones de referencia incluye: fecha, Hg en ng, Factor de Cal, calibración utilizada y observaciones Promedio (m) de los valores de referencia con el signo azul sigma.

El promedio de los valores del factor de calibración: "Estándar" puede seleccionarse haciendo clic en el botón derecho e introducirse automáticamente como CalFactor en todas las mediciones nuevas.

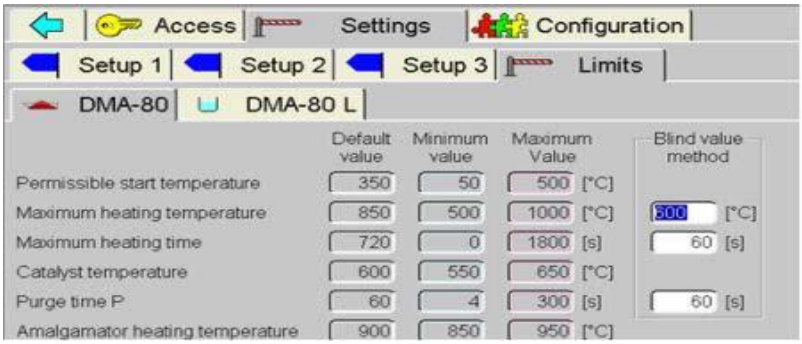
Blind value**.** (BV) Utilizada para limpiar el sistema. Una **B** aparece en la celda **seleccionada**.

Valor ciego (BV)

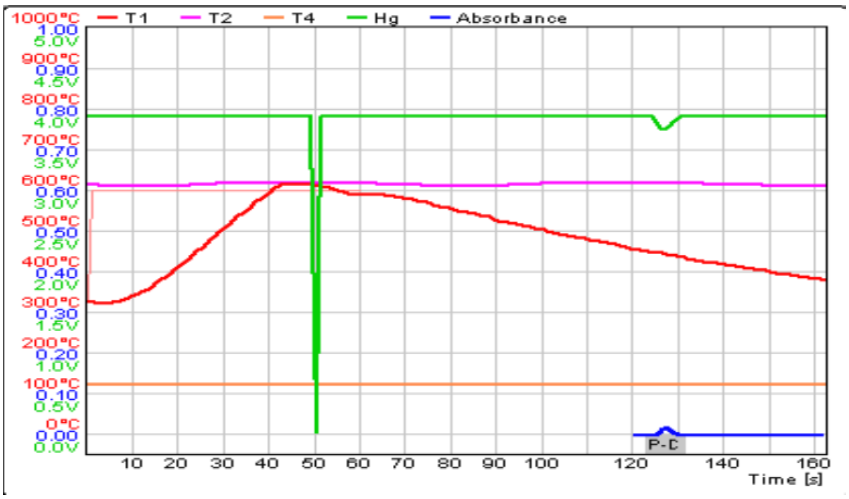
Es un programa de calentamiento rápido de Horno 1 y amalgamador, esto con el fin de eliminar todo depósito de mercurio / polvo en la unidad.



Es posible definir un programa de valor ciego, en la administración del Panel > Configuración> Límites.



En esta página, es posible establecer: temperatura máxima de calentamiento, tiempo máximo de calentamiento y método de tiempo de purga del valor ciego. Aquí un ejemplo de valor ciego:



El cuadro de estado indica el estado actual.

Muestra medida (por ejemplo, el archivo de calibración se indica con C).	✔ ✔ C
Muestra pesada.	
Muestra en medición.	
Medida interrumpida o inválida.	
Muestra no pesada.	
Muestra en modo de espera (procesamiento de muestra automático).	

- **Amount - Peso:** usada para introducir el peso de la muestra, y debe ser siempre mayor de 0,0000 g.
- **Remarks - Comentario:** campo disponible para introducir comentarios sobre las muestras, cuando sea necesario.

- **Agregar datos:** al dar clic el botón Se agrega una nueva línea a la tabla. El nombre de la muestra en la columna "Samplename" es asumido por el registro de datos marcado. Si el nombre tiene un número como última cifra, se aumentará automáticamente en 1. Si aún no se ha ingresado una posición, no se registraría ningún nombre de muestra en esta primera línea. Si se conecta una balanza, la pantalla de balance se abrirá simultáneamente, para ser capaz de ingresar el peso de la muestra.

Ingresar el peso

Con todos los registros de datos, siempre se debe ingresar un peso, ya que de lo contrario la medición no se puede iniciar. El peso de la muestra se indica en gramos. Si se conecta la balanza, cada vez que se agrega un registro, la pantalla de balance se abrirá automáticamente para permitir ingresar el peso de la muestra.

El peso de la muestra se ingresa manualmente sobre el teclado o directamente desde una balanza electrónica a través de la interfaz del cable.

8.3.5.8.2 Procesamiento de muestras en modo simple o automático.

- **Modo simple:** seleccionando una muestra cualquiera de la tabla, activando luego el modo de medición simple y pulsando el botón

, la muestra es medida individualmente. Después de la medición el disco de muestras gira hasta la posición de carga y se activa el botón

.

- **Modo automático:** activando el modo de medición automático y pulsando

, las muestras son medidas de forma automática, según la secuencia registrada en la tabla Sample.

Si la medición Automática está activada y se añade una nueva línea, le es asignada la posición inmediatamente superior en el disco de muestras. Cada posición puede ser ocupada sólo una vez durante una secuencia analítica.

En un mismo archivo de muestras se pueden ejecutar análisis tanto en modo simple como en modo automático.

Nota: Las muestras líquidas se deben medir en el modo simple, ya que el mercurio puede evaporarse si la muestra permanece por mucho tiempo en el bote. No obstante, se pueden dispensar hasta tres alícuotas de muestras y realizar la medición en modo automático, sin pérdida apreciable de mercurio por evaporación.

8.3.5.8.3 Concentrado sobre varias muestras.

Solo se puede cargar un volumen máximo definido en el barco de muestra. Con la función Concentrado se puede distribuir y medir una muestra grande en varios barcos de muestra.

Las muestras divididas se descomponen térmicamente y el Hg total de todas las sub-muestras se recoge sucesivamente en el Amalgamador. El Hg acumulado solo se quema y se mide con la última sub-muestra. El resultado se determina así sobre la cantidad ponderada originalmente total y el valor de Hg recogido.

Ejemplo

1. Pese todas las muestras en secuencia.
2. Marque el registro que contiene una sub-muestra (test1).
3. Active el botón

. La muestra debajo del marcado se conectará con un corchete paréntesis a la muestra marcada (test2).
4. Ahora seleccione la muestra conectada (test2) y active el botón Concentrado. La próxima muestra (test3) también se conectará a las dos primeras muestras.

Puede agregar tantas muestras como desee. Se considerarán todas las sub-muestras vinculadas con un corchete-paréntesis.

En un archivo, varias sub-muestras se pueden combinar en varias muestras. (Ver ejemplo: la muestra 1 incluye 3 sub-muestras, la muestra 2 consta de 2 sub-muestras).

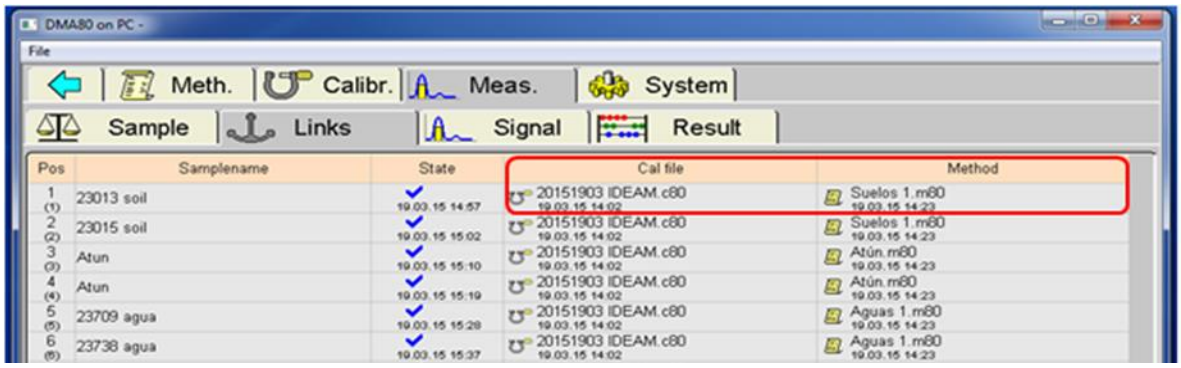
8.3.5.9 Links - Enlace

En este registro se puede seleccionar el archivo de calibración (Cal-file) y los métodos que se utilizarán para el proceso de medición.

Tabla en el menú de enlaces:

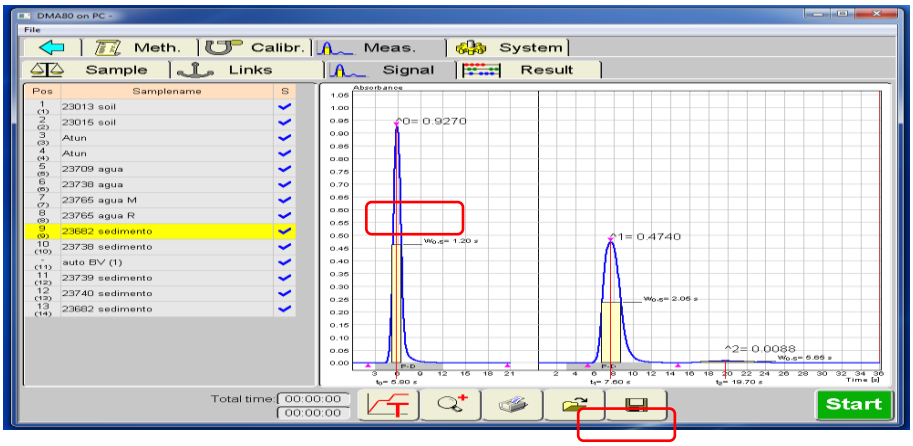
Pos	Samplename	State	Cal file	Method

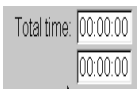
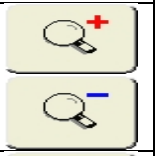
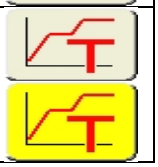
Para esto se debe dar clic en la línea correspondiente a cada muestra y seleccionar luego el Cal-File y el Method de interés en las respectivas listas desplegadas al pulsar la flecha abajo.

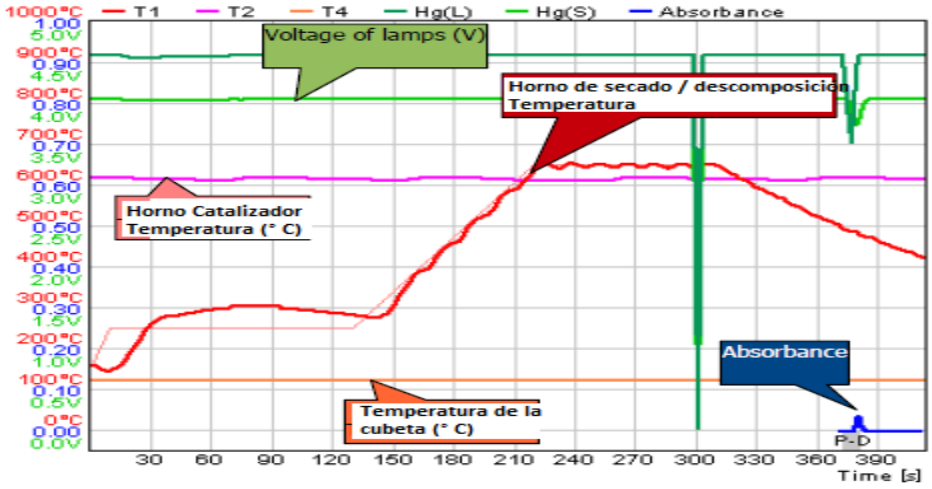


8.3.5.10 Signal - Señal

Permite mostrar la señal de la medición, Seleccionando una muestra de la columna Samplename y pulsando luego en Signal, su señal es mostrada en el gráfico de la derecha. Cada medición puede ser monitoreada en tiempo real, pero durante una medición también se pueden visualizar los picos de muestras anteriores.



Tiempo total Después de Iniciar, se mostrará el Tiempo total y el Tiempo de muestra. El tiempo total, en caso de medición automática de varias muestras, es el tiempo total de todas las muestras. El tiempo de muestra indica el tiempo de corrida /apagado de la medición total.	
Zoom-in y zoom-out Toque el icono de ampliación para acercar la altura del pico utilizado para la evaluación. Con el icono de reducción, el diagrama volverá a 1.	
Gradientes de la curva de temperatura Toque el botón Temperatura (fondo amarillo) para visualizar los gradientes de temperatura de la muestra seleccionada. Pulsando nuevamente el botón se regresa a la señal correspondiente.	



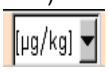
8.3.5.11 Result – Resultados

Permite mostrar el registro de las mediciones.

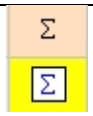
La Tabla de Resultados consta de lo siguiente:

Pos	Samplename	Weight [g]	State	Height	Hg [ng]	c[µg/k	Cal-Factor	Σ	Group

- **Height - Altura:** indica la altura máxima del pico evaluado.
- **Hg [ng]:** indica la cantidad absoluta de Hg en la muestra. (Calculada a partir de la calibración activa).
- **C [mg/kg], o C [µg/kg]**: indica la concentración de Hg en la muestra (calculada a partir de la calibración activa y el peso de muestra correspondiente).

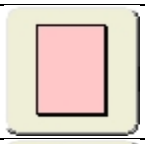
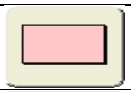
- **Cal-Factor:** Con la medición de una muestra de Referencia, el factor de calibración puede ser adaptado a una sensibilidad del sistema ligeramente modificada. El Cal-Factor sólo acepta valores comprendidos entre 0.9 y 1.1 (±10% valor de referencia).
- **Unidad de medida** 

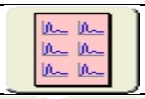
Introduzca la unidad de medida correcta de concentración; para visualizar los resultados; pulse clic en la "flecha abajo".
- **Estadísticas:** para incluir una muestra en la evaluación estadística de un grupo, se debe señalizar asignando el signo Sigma bajo la columna *"∑"*.

Al hacer clic dos veces en este campo, la muestra se incluirá en las estadísticas cálculos. El icono de Sigma se puede eliminar en cualquier momento haciendo clic nuevamente.	
Grupo Las muestras se pueden ordenar en diferentes grupos, se pueden proporcionar hasta 8 grupos. Para aplicar cálculos estadísticos, como se indica a continuación: **1.** En la columna "Group", seleccione la fila de la muestra que se desea agrupar**.** **2.** Pulse en la "flecha abajo" y seleccione un número de grupo para esa muestra. **3.** Repita los pasos anteriores para cada una de las muestras que desea incluir en ese grupo. 4. Proceda de la misma manera para formar otros grupos. Para cancelar la asignación de una muestra a un grupo, seleccione la muestra en la columna Group y pulse X. 5. Para aplicar la estadística a un grupo particular, seleccione el número del grupo en la parte inferior derecha de la ventana. La estadística correspondiente aparece en la barra de estado.	

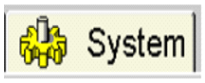
- **Impresión**

El icono de impresión permite tener una vista previa. Toque para imprimir diagramas y / o datos. Si no se reconoce ninguna impresora, el ícono se mostrará descolorido. Las diferentes opciones de impresión están disponibles según el menú de impresión.

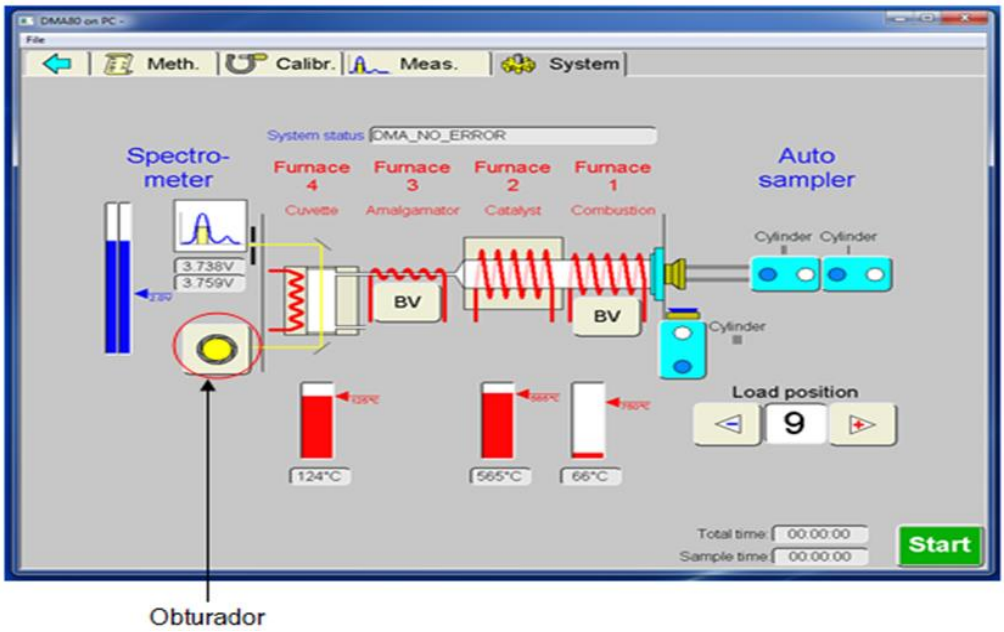
SELECCIÓN DE PÁGINA PARA IMPRIMIR Después de la selección, las páginas son rosadas.	
Copias adicionales de la Tabla de muestra (también se pueden imprimir desde el registro "Muestra"). Impresión de la página con diagrama, parámetros de método, datos del sistema y programa de microondas.	
El archivo está impreso en formato apaisado.	
Para imprimir el diagrama de los datos realmente seleccionados.	

Para imprimir todos los diagramas de la Tabla de muestra actual.	
Si el documento tiene varias páginas, puede repasarlo y avanzar.	
Si las muestras individuales de una tabla se han dividido en diferentes grupos, es posible imprimir los datos de un grupo específico. Ver el capítulo de Resultados.	

8.3.5.12 Sistem – Sistema

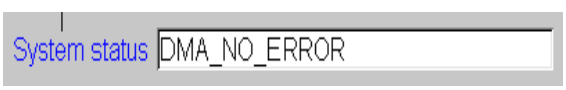


Desde aquí se puede verificar las condiciones del sistema y seguir las condiciones actuales de la medición en tiempo real. Después del inicio del sistema, todas las funciones en espera se activan:

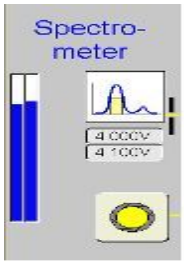


- La lámpara Hg del espectrómetro está encendida.
- El tubo de catalizador está bloqueado por el cilindro neumático.
- El catalizador es limpiado con aire puro; El catalizador, la unidad de amalgamador y las celdas de absorción se calientan a temperaturas de espera en aproximadamente 15 minutos. Transcurrido este tiempo, el botón es activado, y simultáneamente todos los demás controles de la unidad entran en funcionamiento.

Estado del sistema. Indica el estado actual del sistema y los mensajes de error emergentes.



Espectrómetro: La intensidad de luz medida por los detectores en la cubeta se representa por dos barras verticales azules.



El espectrómetro se calibra cada medida corta antes del calentamiento del amalgamador. El obturador regula el % de intensidad de luz emitida por la lámpara de mercurio y permanece cerrado por un tiempo muy corto, pero luego se abre permitiendo el paso del 100% de la intensidad.
Se puede controlar la función del obturador y la tensión oscura (0 a 0,05V), pulsando el botón amarillo (obturador) entre mediciones.

Hornos

Horno 1: secado y descomposición oxidativa de la muestra.
Horno 2: calentamiento del catalizador a temperatura constante.
Horno 3: calentamiento del amalgamador a temperatura constante (para evitar la condensación del agua). El calentamiento a alta temperatura se utiliza para liberar rápidamente el Hg acumulado.
Horno 4: calentamiento del bloque de la cubeta a temperatura constante, para evitar la condensación del vapor de Hg.

Pulsando el botón

del catalizador se inicia el programa de calentamiento correspondiente. Se utiliza para realizar rápidamente lecturas "en blanco", especialmente después de medir una muestra con alto contenido de mercurio. También puede activarse automáticamente al ser incluido en una secuencia analítica. Cuando se activa el botón correspondiente al amalgamador, se calienta únicamente esa bobina para liberar el Hg residual. Elimina todo depósito de mercurio / polvo en la unidad.

Auto- muestreador: Los puntos blancos en los cilindros (pistones) indican que los interruptores están abiertos, mientras que los puntos azules y rojos indican que están cerrados.
Los cilindros se mueven de forma automática para tomar o devolver los botes o celdas de muestra, desde o hacia el disco de muestras. Sin embargo, cada cilindro se puede controlar individualmente pulsando sobre el botón respectivo para cambiar su posición.
Los cilindros no pueden ser activados cuando el disco giratorio está en movimiento.

Para girar el disco a una posición de carga deseada, se debe seleccionar el número respectivo usando los comandos (atrás-adelante) desde Load position.

También se puede lograr esto ubicándose en el menú Sample y colocando el cursor sobre la fila de interés.

Visualización del tiempo de lectura

El estado actual de la medición se indica mediante la barra azul.

La barra de color representa los tiempos de medición (tiempo de enjuague P (purga), tiempo de calentamiento de amalgama H y tiempo de grabación R.

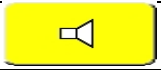
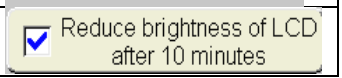
8.3.6 Administración del sistema

Ubicado en el escritorio de control de programas y administrador de software al iniciar la conexión del software. Desde aquí se pueden ver o modificar las configuraciones básicas del software de acuerdo al nivel de autorización. El nivel de usuario no tiene acceso a la administración del sistema. Los cambios deben almacenarse en el Panel de administración. De lo contrario, los cambios se guardan automáticamente al salir del panel de Administración.

Access – Acceso: Para realizar configuraciones y administrar usuarios.
Settings – Configuraciones: Aquí se especifican las configuraciones del sistema.
Configuration – Configuración: Aquí se especifican las interfaces.

8.3.6.1 Access – Acceso: El Registro de acceso consta de tres páginas:

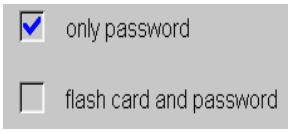
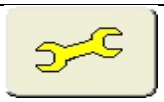
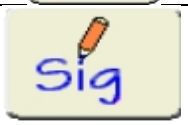
- Panel-Administración: Aquí se llevan a cabo ajustes (por ejemplo, brillo de la pantalla).

SELECCIÓN DEL IDIOMA Se usa para definir el idioma entre inglés y alemán	
SONIDO Se usa para activar o desactivar la señal acústica cuando tocando los iconos / botones de la pantalla.	
FECHA Y HORA El cambio de horario de verano a invierno no es automático.	
BRILLO DE LCD (PANTALLA) Se usa para ajustar el brillo de la pantalla.	

El programa de software solo es accesible si el número de licencia para la versión de software y el número de serie de la Terminal coincide. El número de licencia solo puede ser otorgado por Servicio.

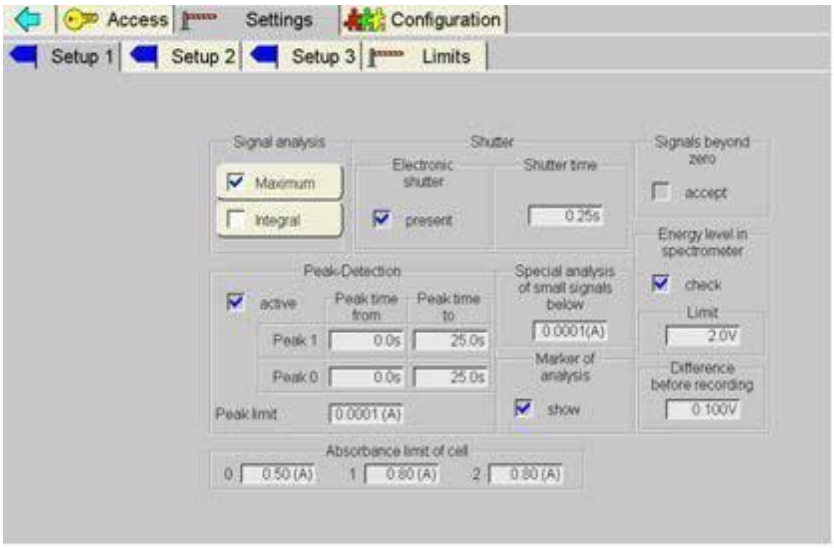
Guardar Asegura que las modificaciones de configuración se guarden.

- User management - Administración de Usuario: Se usa para administrar las autorizaciones de acceso de los usuarios.

MODO DE INICIO (LOGIN-MODE) Marcando "Solo contraseña", una contraseña válida es suficiente para iniciar sesión. De lo contrario, también se requiere una Tarjeta Flash personal con firma. Para modificar el modo de inicio de sesión, se necesita una tarjeta flash con firma de servicio (solo para el servicio).	
AUTORIZAR NUEVO USUARIO El administrador puede autorizar usuarios adicionales (con acceso de usuario). Se abrirá una ventana dual para ingresar el nombre de usuario, la contraseña y los derechos de acceso.	
CAMBIAR LA CONTRASEÑA Es posible cambiar su propia contraseña (o una contraseña subordinada) así como los derechos de acceso. No use "0" como inicial de una contraseña, ya que se ignorará "0".	
BORRAR USUARIO El administrador puede eliminar un usuario (con acceso de usuario).	
FIRMA USB El USB se puede proporcionar con una firma (Firma = Nombre de usuario del usuario activo). Las tarjetas se pueden proporcionar con firmas bajo nombre propio o nombre subordinado.	

8.3.6.2 Setting - Software*:* Esta página se usa para Actualización de software (solo para Servicio).

Configuración 1 (Setup 1):

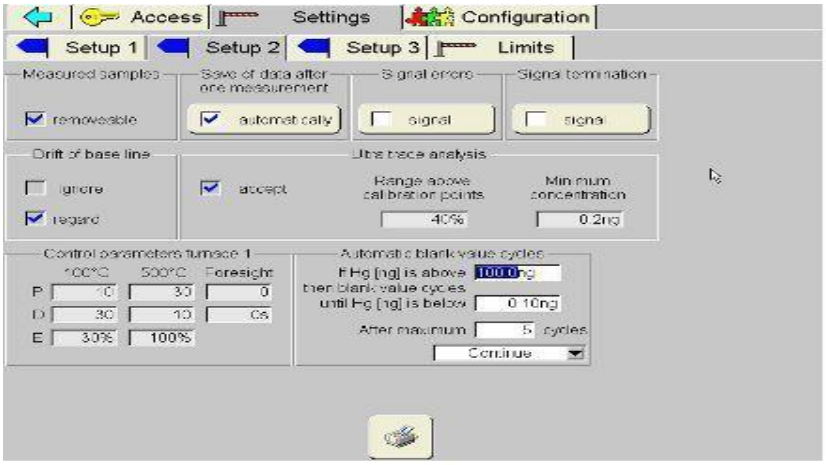


Análisis de señal

Máximo: el contenido de Hg se calcula en función de la altura del pico. (Máxima extinción).
Integral: el contenido de Hg se calcula en función de la superficie del pico (Integral de la extinción).
Tenga cuidado al cambiar de un modo de cálculo a otro. Los valores ya medidos se cambiarán también de altura a superficie o viceversa. Sin embargo, los resultados (Hg y c) no se volverán a calcular.

Después de cambiar el modo de cálculo, es necesario recalcular una nueva curva de calibración antes de medir cualquier muestra nueva. Se recomienda medir siempre en una sola modalidad.
Otras funciones
Los espacios grises están bloqueados; estas funciones no pueden ser modificadas.

Configuración 2 (Setup 2)



Guardar datos después de una medición: Los valores medidos se guardan después de cada medición. Permanecerán en la memoria sin ningún ahorro posterior.

Señal de errores
Los errores reconocidos por el software se anuncian mediante una señal acústica.

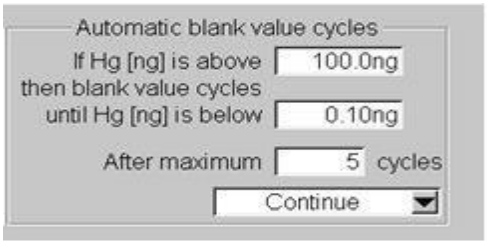
Terminación de señal El fin de una medición se anuncia acústicamente.

Análisis de trazas
Rango puntos de calibración: el rango de calibración finaliza en el 40% (estándar) sobre el valor de calibración más alto. Por encima de este rango, no se evalúan más valores medidos.

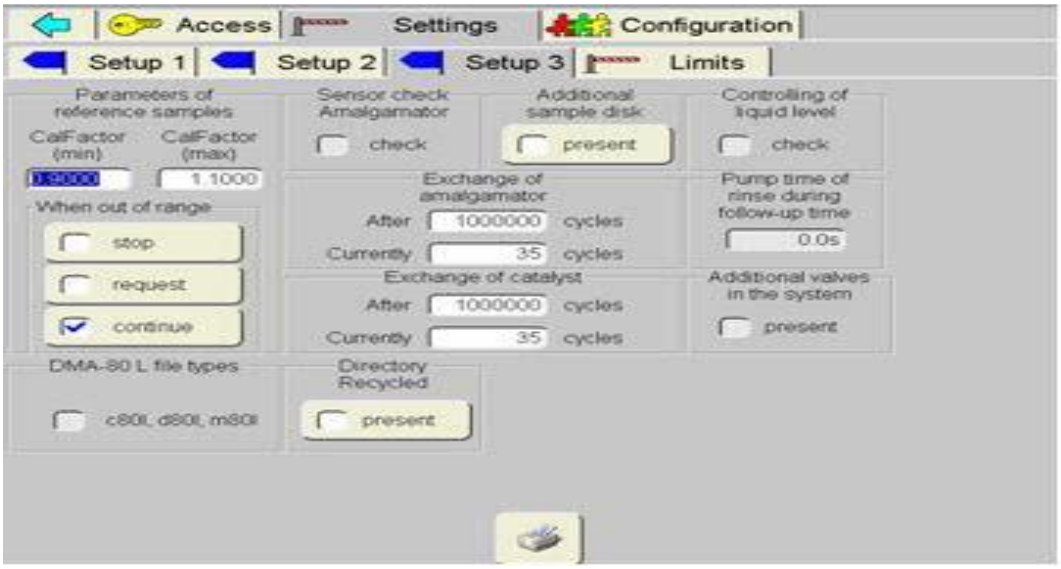
Concentración mínima: el rango de calibración alcanza al menos este valor mínimo, independientemente de los puntos de calibración.

Ciclos de valores en blanco automáticos: Para configurar espacios en blanco automáticos.

Otras funciones: Los espacios grises están bloqueados; estas funciones no pueden ser modificadas.

Esta función permite ejecutar espacios en blanco en modo automático cuando la cantidad de Hg de la muestra supera el límite de configuración (es decir, 100 ng). **Para configurar esta función, seleccione Panel Administración Administration\Settings\Setup2.** En "Ciclos de valores en blanco automáticos" hay parámetros predeterminados y pueden modificarse según las necesidades del usuario.	

Configuración 3 (Setup 3)

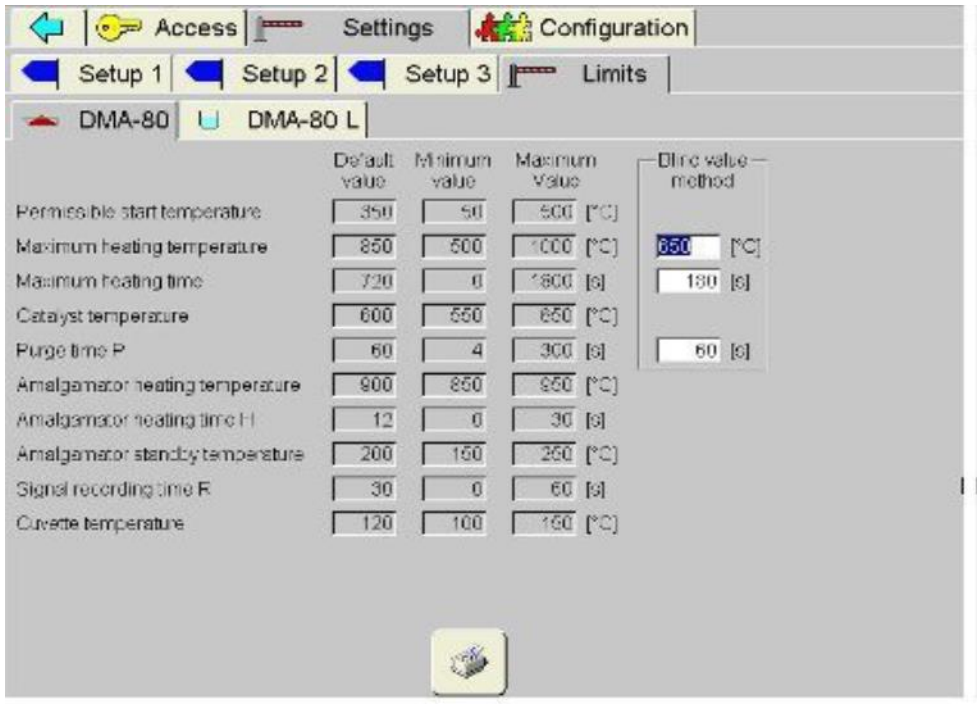


Parámetros de muestras de referencia:

Cal-Factor (min): valor mínimo del factor de calibración.
Cal-Factor (máx.): valor máximo del factor de calibración.
Cuando está fuera de rango: si la señal está fuera del alcance del instrumento: detenga el análisis de trabajo, pregunte con un mensaje de solicitud si prefiere continuar o detener, continúe el análisis sin ninguna alarma.

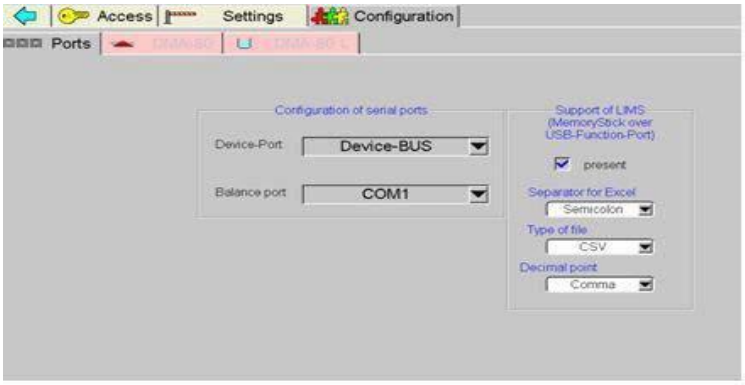
Intercambio de amalgamador Número máximo de ciclos (análisis) para el reemplazo del amalgamador. Cuando se alcanza este valor, aparecerá un mensaje de error informándole que debe reemplazar el amalgamador. Nota: después del reemplazo del amalgamador edite un nuevo "número máximo de ciclos".
Directorio reciclado Al eliminar un archivo, se crea una carpeta llamada "Reciclado" “Recycled” en la Tarjeta Flash. El archivo se almacenará allí, hasta que finalmente se elimine.
Otras funciones Los espacios grises están bloqueados; estas funciones no pueden ser modificadas.

Limits – Límites: se indica los límites de operación, por ejemplo el permiso de temperatura para ingresar la muestra al sistema, máximas temperaturas de los hornos; entre otros límites para la operación.



8.3.6.3 Configuración

La definición de interfaces para el equilibrio, de la unidad DMA y el soporte para LIMS se puede establecer por Servicio. Sin embargo, el usuario puede seleccionar el separador, el tipo de archivo y el decimal para LIMS.



8.4 LIMPIEZA DE CELDAS DE CUARZO (BOTES)

Antes de pesar los estándares y/o muestras para su análisis, es necesario limpiar exhaustivamente los botes o celdas de cuarzo. Las celdas usadas se deben sumergir en solución de detergente neutro durante 2 horas si es posible toda la noche, luego frotar vigorosamente con un cepillo dental duro y enjuagar con abundante agua del grifo. Sumerja las celdas de cuarzo en una solución al 5 % de ácido Clorhídrico (bajo en mercurio) durante una noche y se enjuagan varias veces con agua del grifo y posteriormente con agua ultra pura.

Las celdas se colocan boca abajo en una cápsula de porcelana y se introducen en una mufla a 650°C -720°C durante 4 horas, como mínimo y se dejan enfriar. Finalmente, se someten a varios ciclos de limpieza usando el programa del método "Clean procedure.m80" del analizador DMA-80.

Programa del método "Clean procedure.m80"

Temperatura máxima de INICIO	Tiempo de secado / cenizas	Temperatura de secado / cenizas	Tiempo de purga
200°C	2 minutos	650°C	60sec
	1:30 minuto	650°C	

Repita este procedimiento de limpieza hasta hasta obtener absorbancias (Height) de 0.003 o menores.

Guarde las celdas de tal manera que estén protegidas del polvo y del aire del ambiente.

8.5 NORMAS DE CALIBRACIÓN

Antes de utilizar el analizador directo de mercurio por primera vez, el instrumento debe calibrarse utilizando soluciones estándar de Hg o materiales de referencia estándar (SRM o CRM). No es necesario volver a calibrar el instrumento cada vez, pero la curva de calibración debe verificarse todas las mañanas antes de analizar muestras desconocidas. **El instrumento se debe recalibrar solamente cuando los resultados de la verificación difieran en ± 10% del valor esperado.**
El instrumento también debe recalibrarse cuando se reemplaza cualquiera de los componentes principales. Por ejemplo, la calibración debe realizarse cuando se reemplazan el catalizador y / o el amalgamador, o cuando se cambia el compresor de aire.

La calidad de la calibración es mejor cuando se usan botes de cuarzo, debido a que este material es completamente inerte, y no interactúa con los reactivos agresivos (ácidos) presentes en la solución patrón líquida, lo cual si ocurre

al usar botes de metal. No obstante, los botes usados (y aún los nuevos) deben someterse a un proceso exhaustivo de limpieza.

El analizador directo de mercurio se puede calibrar utilizando materiales de referencia estándar sólidos o estándares acuosos diluidos. Se pueden preparar estándares acuosos diluidos (o estándares de trabajo) diluyendo patrones de 1,000 ppm o 100 ppm de Hg (soluciones madre). Ambos estándares están disponibles comercialmente.

Usa la siguiente ecuación para diluir los estándares.

Nivel de trabajo (ppm) = Solución madre (ppm) x (Volumen de la solución madre (mL) / Volumen total (mL).
El volumen total es el volumen del estándar de trabajo.

V1. C1 = V2. C2

Por ejemplo:

Para preparar un estándar de trabajo de 1,000 µg / Kg (1 ppm), tome 100 µl de la solución madre de 1,000 ppm y diluya a 100 ml.

Los patrones acuosos diluidos para concentración baja y media (rango de ppb) se preparan a partir de la solución de 1 y 5 ppm.

Si los estándares están en el nivel de ppb, recuerde: 1 ppm = 1000 ppb.
Para preparar un estándar de trabajo de 5 µg / Kg (5 ppb), tome 0.5 mL de la solución de 1 ppm y diluya hasta 100 mL.

Hay tres respuestas de rango de trabajo diferentes en las que se puede calibrar el instrumento:

1. El rango bajo es 0-10 ng Hg
2. El rango medio 10-20 ng Hg
3. El rango alto es 20-1000 ng Hg.

Use 0.5% - 5% (1% sugerido) de clorhidrato diluido para las diluciones.

Asegúrese de que el estándar de stock no este vencidos ni contaminado. **Tan pronto como se preparen los estándares de trabajo, transfiéralos a botellas de vidrio marrón**. **Los patrones acuosos con baja concentración de Hg son muy inestables cuando se almacenan en botellas plásticas o transparentes regulares**. **No exponga los estándares de Hg al aire por ningún período de tiempo. Mezcle las muestras acuosas cada vez antes del análisis. Tan pronto como la muestra se pipetee, cierre el recipiente de almacenamiento. No deje las botellas de solución abiertas y al final guárdelas en un refrigerador a 5 -10 ° C.**

8.5.1 Calibración primer punto 0 ng

Al realizar una calibración, el instrumento primero debe calibrarse para 0 ng de mercurio. Para hacerlo, en primer lugar, realice un análisis de varias embarcaciones vacías (esto limpia el sistema y los barcos). Los botes vacíos deben procesarse repetidamente hasta que se obtenga una absorbancia baja y estable. Luego, siga el procedimiento de calibración que se ha descrito anteriormente, ejecutando uno de los barcos limpios y vacíos. En

la tabla "Resultado", ingrese 0.0000 en la columna "C (µg / Kg)" y 0.1 g en la columna "Peso". La calibración se puede realizar utilizando dos enfoques diferentes: Tipo A o Tipo B (el más comúnmente utilizado).

1 ppm = 10^3 ppb (1,000 ppb) = 10^6 ppt (1,000,000 ppt)
10^{-3} ppm = 1 ppb = 10^3 ppt
10^{-6} ppm = 10^{-3} ppb = 1 ppt

8.5.2 Tipos de calibración

Calibración tipo A

Realización de la calibración utilizando tres soluciones estándar a través de diferentes volúmenes. Use la siguiente ecuación para determinar los volúmenes de varios estándares de trabajo que debe usar para calibrar el instrumento.

Hg (ng) = concentración de Hg en la muestra (ppm) x peso de la muestra (mg).

Use volúmenes variables de 0.1 ppm (100ppb), 1 ppm, 10 ppm de patrones de Hg, y la siguiente ecuación, para calibrar el instrumento, es decir, para un rango bajo.

Hg (ng) = 0.1 ppm x Peso de la muestra (mg).

Para soluciones líquidas estándar de 0.1 ppm (100 ppb) Hg, la solución de 10 µL contiene 1 ng de Hg.

Use la Tabla como guía para calibrar el instrumento. Siempre comience con la menor cantidad de mercurio.

Calibrar para ... ng de Hg	Cantidad del estándar a pesar...para obtener el deseado ng de Hg.
0.5 ng (low range)	5 µL of 100 ppb
1 ng (low range)	10 µL of 100 ppb
2 ng (low range)	20 µL of 100 ppb
3 ng (low range)	30 µL of 100 ppb
5 ng (medium range)	50 µL of 100 ppb
10 ng (medium range)	100 µL of 100 ppb
20 ng (medium range)	20 µL of 1 ppm
50 ng (high range)	50 µL of 1 ppm
100 ng (high range)	100 µL of 1 ppm
200 ng (high range)	200 µL of 1 ppm
500 ng (high range)	50 µL of 10 ppm
700 ng (high range)	70 µL of 10 ppm
1000 ng (high range)	100 µL of 10 ppm

Después de la calibración, el usuario puede seleccionar diferentes algoritmos de calibración: lineal, s-curva o cuadrada. Al hacer clic en el botón de la Celda 0 puede forzar la curva a 0 (cuando está amarilla, la función está activada). Al hacer clic en el botón de lupa se selecciona el rango de ultra traza (cuando está amarillo, la función está activada).

Calibración tipo B

Realice la calibración utilizando el mismo volumen, pero diferentes soluciones de estándares.
Para calibrar el instrumento, use la siguiente tabla como guía. Siempre comience con la menor cantidad de mercurio. Asegúrese de que el barco de muestra esté a temperatura ambiente antes de introducir la muestra en el bote.
Nota: el tipo B es uno de los más utilizados. Use la siguiente ecuación para determinar los volúmenes de varios estándares de trabajo que se usarán para calibrar el instrumento:

Hg (ng) = concentración de Hg en la muestra (ppm) x 100 mg

Use un volumen fijo de alícuotas de 100 µL de varias concentraciones de soluciones estándar y la siguiente ecuación para calibrar el instrumento para el rango bajo, es decir,
Hg (0.5 ng) = 0.005 ppm (5 µg / Kg) x Peso de la muestra (100 mg), etc. ...
Para soluciones estándar a temperatura ambiente, 100 mg es equivalente a 100 µl.

Calibrar para ... ng de Hg	Cantidad del estándar a pesar...para obtener el deseado ng de Hg.
0.5 ng	100 µL of 5 ppb std (0,005mg/L)=ppm
1 ng	100 µL of 10 ppb std (0,01mg/L)=ppm
2 ng	100 µL of 20 ppb std (0,02mg/L)=ppm
3 ng	100 µL of 30 ppb std (0,03mg/L)=ppm
5 ng	100 µL of 50 ppb std (0,05mg/L)=ppm
10 ng	100 µL of 100 ppb std (0,1mg/L)=ppm
20 ng	100 µL of 200 ppb std (0,2mg/L)=ppm
50 ng	100 µL of 500 ppb std (0,5mg/L)=ppm
100 ng	100 µL of 1 ppm std
200 ng	100 µL of 2 ppm std
500 ng	100 µL of 5 ppm std
700 ng	100 µL of 7 ppm std
1000 ng	100 µL of 10 ppm std

Después de la calibración, el usuario puede seleccionar diferentes algoritmos de calibración: lineal o cuadrada, etc. Al hacer clic en el botón de la Celda 0 puede forzar la curva a 0 (cuando está amarilla, la función está activada). Al hacer clic en el botón de lupa, se selecciona el rango de ultra-traza (cuando esta amarillo, la función esta activada).

8.6 PROCESO DE CALIBRACIÓN UTILIZANDO EL ESTÁNDAR DE Hg ACUOSO

Abra los "Métodos", escriba un nuevo nombre de método, descripción y asigne los parámetros de trabajo del instrumento, como el tiempo de secado y descomposición, y guarde el nuevo archivo de método.

El tiempo de secado varía con el volumen de la muestra y debe calcularse usando la siguiente ecuación: Tiempo de secado (sec) = Volumen de la muestra (µL) × 0.6. El tiempo de descomposición es de 150 segundos.

Si el método ya está creado, simplemente seleccione el archivo y cárguelo.

Para realizar una calibración, se requieren dos archivos, **un archivo de medición (el mismo para la medición de muestra) y un archivo de calibración**. El archivo de calibración debe cargarse o abrirse

antes de la medición, y debe ingresarse en Measurement/Links. (Medición / Enlaces). Después de la medición de una muestra de calibración, los datos se toman automáticamente y se utilizan para el cálculo de la curva de calibración.

Abrir "DMA-80 Measurement" "Medida DMA-80", haga clic en el botón para obtener un nuevo archivo de datos vacío, escriba un nuevo nombre de datos, descripción y guarde el nuevo archivo de datos.

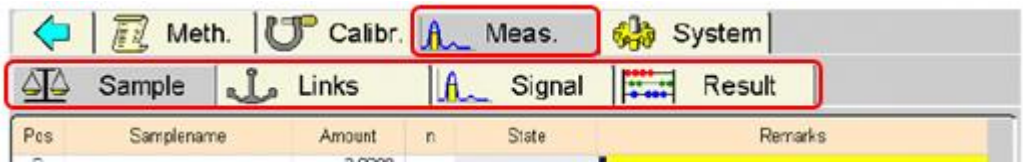
Pulse ahora sobre el menú

para desplegar abrir la opción "Calibration", haga clic en el botón para proporcionar un nuevo archivo de calibración vacío asigne un nombre a la curva de calibración y guarde el archivo siguiendo la ruta C:\DMA80\Calibration

Regrese a la "Medida DMA-80".

- Pulse el menú

"Measurements", para desplegar sus 4 submenús.



- Seleccione el submenú

y pulse el botón para agregar un archivo de datos vacío. En Result también puede crear la lista de muestras o lista de datos.
- Haga clic en el botón "Magic Wand" , para adicionar una primera línea a la tabla.

Pulse en el campo "Samplename" y escriba el nombre del primer estándar que utilizará para la calibración. En "Amount", ingrese el peso del estándar en unidades de gramos o volumen en mL **(0,1 g = 100 uL**), luego pulse en "State" y seleccione la opción Calibration "C" del cuadro desplegado.

Abrir la tabla Result "Resultado" y haga clic en el botón Calibrate "Calibrar" debajo del estado "C". **Ingrese con la concentración de su solución estándar de trabajo en unidades de µg / Kg (ppb) o mg / Kg (ppm). Por ejemplo, 100 µg / Kg**.

Pos	Samplename	Weight [g]	State	Height	Hg [ng]	[µg/kg]	Cal-Factor
2 (2)	calibration point	0.1000g 04.02.09 13:25	✔ C 04.02.09 13:25	0.0771	0.5000	5.0000	1.0000

- Adicione una nueva línea y repita los dos pasos anteriores para cada uno de los demás estándares que conformarán la curva de calibración.

Ignore las columnas "Height" y "Cal- Factor. Los valores de la columna "Hg(ng)" serán asignados automáticamente luego del análisis, según la absorbancia (Height) medida.

- Pulse en el submenú

y verifique que el "Cal file" y el "Method" para cada una de los estándares coincida con los archivos de Calibración y Método previamente creados.
- Pulse el botón , asigne un nombre al archivo de datos y guárdelo siguiendo la ruta **C:\DMA80\ Data. De igual forma guárdelo en la carpeta C:\DMA80\ Calibration, en la carpeta correspondiente del análisis.**
- Retorne al menu Measurement/Result. En la columna Pos asigne una posición par (o impar) consecutiva para cada uno de los estándares de calibración y coloque los botes en el disco del auto muestreador en las posiciones asignadas.
- Dispense el volumen requerido (µL) del primer estándar en el respectivo bote. Asegúrese que el bote se encuentre a temperatura ambiente antes de dispensar la alícuota de la muestra.
- Seleccione el modo de medición simple
- Pulse

para iniciar la corrida del estándar de la curva de calibración.
- Tan pronto sea leído el primer patrón de calibración, pulse sobre el menú System, espere a que la temperatura del Furnace 1 esté en aproximadamente en 200°C e inyecte el siguiente patrón, y así sucesivamente.

Nota: Las asignaciones de las posiciones y la dispensación de las alícuotas en el modo descrito minimiza la evaporación de los estándares y mejora la veracidad de la medición.

- Cuando finalice la medición de los patrones de calibración, regrese al menú Calibration. En cada Cell (0,1 y 2) marque los estándares que tendrá en cuenta para la respectiva curva de calibración. En Aprox. Method seleccione Linear como tipo de calibración.
- Verifique que el coeficiente de correlación obtenido para cada curva satisfaga el criterio de calidad establecido (> 0.995).
- **Guarde nuevamente el archivo de calibración con los cambios realizados**. Fin de la calibración.
- Retire las celdas de cuarzo del inyector automático y déjelos en jabón neutro para su posterior lavado.

8.7 MEDICIÓN EN BLANCO

Se recomienda ejecutar una serie de valores "en blanco" antes de comenzar a medir muestras desconocidas**. La medición del "espacio en blanco" determina si el sistema está limpio y no tiene contaminación de Hg en el interior**. **Además, la condensación de agua o el polvo pueden dar una absorción indefinida en el espectrómetro**. Esto se puede eliminar ejecutando algunos valores en blanco.

Las mediciones "en blanco" se deben ejecutar **"sin bote – sin celda de cuarzo"** en la posición asignada en el auto muestreador. Aun así, es necesario introducir en "Amount" un peso diferente de "0,0000" para la muestra (por ejemplo, 0.1000 g), de lo contrario la medición no se iniciará.

5	blank	1.0000	✓	0.0015	0.0501	0.0501	☐	1.0000	Cal 06/11.c80

El valor medido en el **campo de altura** de la ejecución en blanco. p.ej. 0,0015 abs. Esto proporciona la cantidad absoluta de Hg detectado, que se muestra en el campo "Hg", p. 0,05 ng Hg absoluto. La concentración calculada depende de la entrada para el peso. Dependiendo de la concentración de la muestra a medir, se puede tolerar un valor en blanco más alto o más bajo. **Se debe realizar una ejecución en blanco sin ningún barco de muestra para confirmar que el sistema esté limpio, libre de impurezas.**

Si la ejecución en blanco se realiza con un bote de muestra vacío, no es posible determinar si la señal medida procede del sistema DMA o si hay algún residuo en el bote de muestra.

Medición en blanco automático

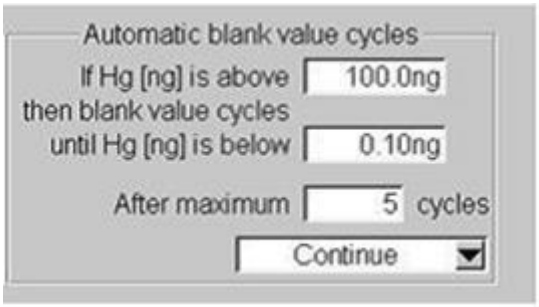
Esta función permite iniciar automáticamente los espacios en blanco cuando la cantidad de Hg detectada supera un límite establecido.

1 (9)	1ppm	0.10000g 18.06.09 11:20	✔ 18.06.09 11:21	0.0924	127.8352	1.2784	1.0000	☐
- (10)	auto BV (1)	0.00000g 18.06.09 11:26	✔ B 18.06.09 11:26	0.0674	0.3909		1.0000	☐
- (11)	auto BV (3)	0.00000g 18.06.09 11:36	✔ B 18.06.09 11:36	0.0302	0.1751		1.0000	☐
- (12)	auto BV (5)	0.00000g 18.06.09 11:45	✔ B 18.06.09 11:45	0.0197	0.1143		1.0000	☐

Añada una línea, y seleccione en la columna State la opción Blind value (BV) oprima clic en Start. No es necesario introducir la posición del bote ni el peso de la muestra. El BV también lo puede realizar a través de la pantalla del sistema, oprimiendo en el cuadro de BV.
La absorbancias (Height) al iniciar los análisis debería estar en 0.003 o menor.

Medición automática "en blanco" (Auto-blank measurement).

Esta función permite realizar automáticamente mediciones "en blanco" cuando la cantidad de Hg detectada en una muestra es mayor de 100 ng. El equipo realiza varios ciclos de calentamiento hasta reducir la señal a menos de 0.10 ng.
Para configurar esta función se accede por **Panel Administration\Settings\Setup2**. En "Automatic blank values cycles " hay parámetros por defecto que pueden ser modificados según las necesidades del usuario; pero solo debe realizarlo un ingeniero de soporte.



8.7.1 Cómo optimizar los espacios en blanco

Los espacios en blanco se optimizan eliminando las posibles causas de contaminación:

Causas	Resolución
Muestra con alta concentración o "fuera de rango".	Procedimiento de limpieza hasta la absorbancia en **blanco <0.0010** Programa: TEMPERATURA PRINCIPAL Máx. 200 ° C, Secado / Ceniza 1 min a 200 ° C, 2 min hasta 650 ° C, 1 min a 650 ° C
Barco de muestra de metal corroído, cubierto con una capa de óxidos o con residuos de combustión que pueden retener el mercurio y luego liberarlo en la siguiente corrida.	Barco nuevo de metal o cuarzo *
Huellas de Hg provenientes de un barco de metal nuevo.	Procedimiento de limpieza hasta la absorbancia en blanco <0.0010 Programa: TEMPERATURA PRINCIPAL Máx. 200 ° C, secado / Ceniza 2 min hasta 650 ° C, 1 min a 650 ° C
Escape en el catalizador y / o el amalgamador.	Cambie el catalizador y el amalgamador y repita la calibración.
Oxígeno contaminado	Use O2, 99.50% de pureza para investigación o reemplace al proveedor.
Baja temperatura de la cubeta de catalizador	Póngase en contacto con su representante de servicio de Milestone para verificar las temperaturas
Contaminación del medio ambiente	Procedimiento de limpieza hasta la absorbancia en blanco <0.0010, si después de esto la contaminación persiste transfiera la unidad a otro lugar.
Bote de cuarzo N / P 8347 (10 piezas) material completamente inerte.	

8.8 MEDICIÓN DE LA MUESTRA DE REFERENCIA

Para la medición de una muestra de referencia, seleccione una nueva línea en la tabla "Result" de DMA-80 Samplename ", en la columna “State”, pulse la “flecha abajo” y seleccione "Reference"(R). Haga clic en el botón" Referencia”.
Una muestra de referencia se usa para verificar la validez de la curva de calibración. La medición de esta muestra calculará un factor de calibración para la corrección de la curva. Este factor se muestra en una columna separada de la pantalla "Resultados" de "Datos". El factor de calibración estándar es "1.00". Una vez activado, la función de referencia aparece bajo el estado "R".

Después de editar el peso de la muestra, es absolutamente necesario editar la concentración de la muestra medida en el campo "Resultado". Sin editar la concentración, la muestra no se puede usar como muestra de referencia para calcular el factor de calibración.

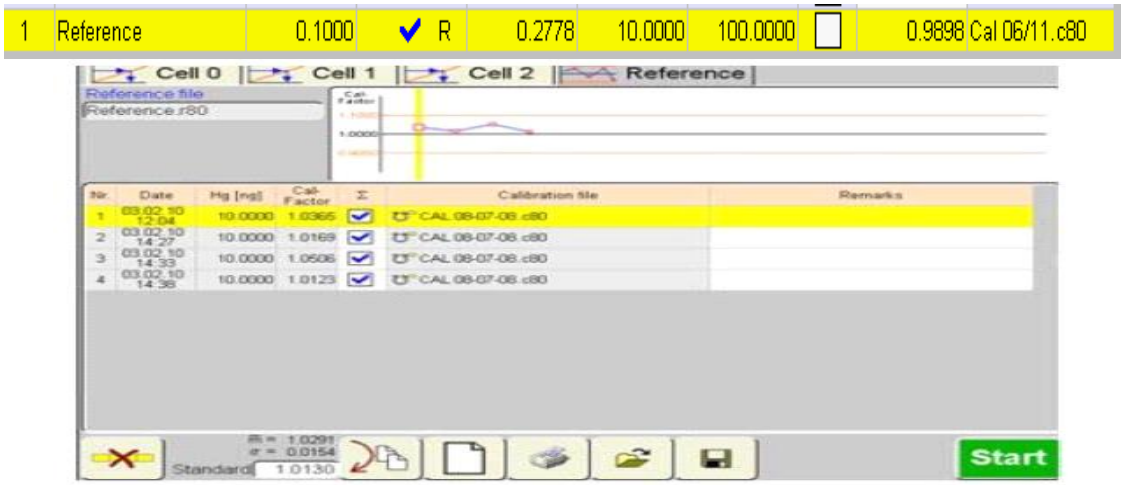
Nota: La concentración debe ingresarse en unidades de "µg / kg" (ppb) o "mg / Kg" (ppm). Se utiliza un estándar de control.

El campo "Resultado" normalmente está bloqueado al medir una muestra. Este campo necesita ser editado solo para muestras de calibración y referencia.
Después de medir la muestra de referencia, los datos se escriben en la tabla "Resultados" y el factor de calibración se calcula mediante el "valor teórico" dividido por el "valor medido". Si los valores coinciden exactamente, el factor

de calibración se calcula para ser "1,00". De acuerdo con la desviación entre los dos valores el factor es mayor o menor que 1,00.

Los valores permitidos para Cal Factor están comprendidos **entre 0,9000 y 1.1000**. En Administrator/Settings/Setup3, se selecciona la acción a seguir cuando el rango permitido para el Cal Factor sea superado.

Panel de referencia después del análisis



El resultado del factor 0,97 de la muestra de referencia es un 3% más alto que el valor de calibración.
El resultado del factor 1,00 de la muestra de referencia es igual al valor de calibración.
El resultado del factor 1,12 de la muestra de referencia es un 12% más bajo que el valor de calibración.

Pulse el botón para aplicar la función "Standard" e introducir automáticamente el factor de corrección en todas las nuevas mediciones.

Para cancelar el procesamiento de una muestra de referencia, vuelva a hacer clic en el botón Referencia. Es posible hacerlo solo antes de procesar la muestra.

8.9 MEDICIÓN DE LA MUESTRA

Para analizar muestras proceda como sigue:

- Encienda el equipo e inicie el software del DMA-80. Recuerde que el sistema requiere aproximadamente 15 minutos de precalentamiento antes de que se pueda iniciar una medición.

- Seleccione un método pre almacenado en los "Métodos" o cree un nuevo método para sus muestras. Si primero crea un archivo de muestra, el archivo de método seleccionado se almacena automáticamente. Por lo tanto, ¡primero seleccione el archivo de método! En la opción Links, seleccione el archivo de calibración y el método de medición bajo los cuales va a analizar las muestras.

- Compruebe si se ha seleccionado el archivo de calibración correcto. Al encender el software, el archivo de calibración utilizado anteriormente se carga automáticamente.

- Seleccione Meas / Sample o Result y cree un nuevo un archivo vacío de datos para las muestras. Adicione las líneas que necesite, asigne un nombre al archivo y guárdelo. **C:\DMA80\ Data, elija la carpeta de análisis correspondiente.**

- Realice una serie de mediciones "en blanco" hasta asegurar que el sistema está libre de Hg. (blanco sin bote y BV).

- Seleccione el modo de funcionamiento (automático o simple), según convenga. **Para una muestra líquida se recomienda operar en modo Simple** utilizando una celda de cuarzo. Si selecciona el modo "Automatic"; dispense la primera muestra en el bote asignado y comience la medición pulsando Start .Tan pronto la muestra sea leída, pulse sobre el menú System, y espere hasta que la temperatura del horno de combustión (Furnace 1) esté en 210°C aproximadamente para inyectar la siguiente muestra, y así sucesivamente. Para muestras solidas puede utilizar el modo automático y celdas de cuarzo.

- Asigne posiciones impares (o pares) consecutivas para las muestras en el Automuestreador.

- Verifique la calibración del sistema midiendo una muestra de referencia o un estándar de control, y verifique que su valor no difiera de ±10% respecto al valor teórico.

- Introduzca en el menú Sample la secuencia analítica de las muestras a analizar y los demás datos necesarios para la medición.

- Mida sus muestras. Introduzca el peso de cada muestra de forma manual o usando la función respectiva de la balanza. Verifique que el peso de cada muestra registrada en la tabla sea diferente a 0,0000 g, de lo contrario la medición no se podrá iniciar. . Para muestras desconocidas, introduzca una cantidad pequeña (<5 mg) para evitar la contaminación por DMA, o realice diluciones.

- Tan pronto la muestra sea leída, pulse sobre el menú System, y espere hasta que la temperatura del horno de combustión (Furnace 1) esté en aproximadamente en 210°C para inyectar la siguiente muestra, y así sucesivamente.

- El botón Start se iluminará en verde tan pronto finalice el análisis.

- Pulse el botón Print para obtener una vista previa del Print-Report. Pulse nuevamente para imprimir el archivo seleccionado.

8.10 MEDICION CONCENTRADA DE LA MUESTRA

Para medir una muestra desconocida, el volumen máximo está limitado por el tamaño de los barcos de muestra para el auto-muestreador.

Con la función Concentrado se puede distribuir y medir una muestra grande en varios barcos de muestra.

Las muestras divididas se descomponen térmicamente y el Hg total de todas las sub-muestras se recoge sucesivamente en el Amalgamador. El Hg acumulado solo se quema y se mide con la última sub-muestra. El resultado se determina así sobre la cantidad ponderada originalmente total y el valor de Hg recogido.

Al usar la función de Concentrado, una muestra de gran volumen puede dividirse en varias alícuotas y procesarse en el sistema por separado. Esto significa que la cantidad de Hg se recoge en el sistema hasta que función de concentración finalice.

Para medir un concentrado, por ejemplo, cree: tres nuevas líneas en la tabla "Resultados" de "DMA-80 Measurement \ Data".

Pese las muestras normalmente y escriba la cantidad de cada una en cada campo "Peso" de la tabla "Muestra". Regrese a la tabla de "Resultados", seleccione la primera línea de muestra y haga clic en el botón "Concentrar". Las primeras dos muestras se seleccionarán automáticamente.

Al hacer clic en la segunda muestra y luego en el botón de "Concentración", se seleccionarán las tres primeras muestras. Para la primera y segunda línea, la configuración del programa cambiará a Amalgam time = "0" y Recording time = "0".

Panel de concentrado

1	soil		✓				☐		Cal 06/11.c80
1	soil		✓				☐		Cal 06/11.c80
1	soil	0.2752	✓	0.5153	19.6169	0.0981	☐	0.9898	Cal 06/11.c80

La muestra se procesa (descompone térmicamente) en el sistema y todo el Hg se recoge en el amalgamador, sin medición del Hg en la celda de absorción. Este procedimiento se repite para todas las muestras siguientes marcadas con la función de Concentrado. Todo el Hg recogido se mide junto con la última muestra del proceso de concentración.

Para cancelar ambas funciones, vuelva a hacer clic en el botón correspondiente. Esto es posible solo antes de que se procese la muestra.

8.11 ANÁLISIS

Para comenzar el análisis, primero asegúrese de que la curva de calibración esté cargada. Abra la "Calibración DMA-80" y elija la curva que usará.

Regrese a la tabla de "Métodos". Use un método pre-almacenado o cree un nuevo método. En la línea "Nombre del método", escriba un nombre del nuevo método. Cambie los parámetros del método si es necesario y guárdelo. En la tabla "parámetros" del método cambie los parámetros de trabajo del instrumento para cada muestra, como secado, descomposición y tiempo de espera, si es necesario. El tiempo de secado varía con el volumen de la muestra o con el porcentaje de agua en la muestra y debe calcularse usando la siguiente ecuación:

Temperatura de inicio máxima: la medición comienza solo cuando la temperatura T1 (horno de secado y descomposición) está por debajo de la temperatura de inicio máxima. Esto evita que los barcos de muestra estén expuestos a altas temperaturas, especialmente cuando se trabaja con muestras inflamables.

Tiempo de secado (sec) = Volumen de muestra (µL) × 0.6. o **Tiempo de secado** (seg) = Peso de la muestra (mg) x 0.6 x % H2O.

Para muestras inorgánicas secas

Tiempo de secado = 10 segundos

Para muestras orgánicas altas

Tiempo de secado = 30 seg - 1 min 30 seg

Temperatura de secado = 200 ° C para la mayoría de las muestras.

Reduzca la temperatura de secado si trabaja con una muestra inflamable (consulte las notas de las aplicaciones). El tiempo de descomposición es de 3 min Para la mayoría de las muestras. **Aumente el tiempo de descomposición si el análisis dio como resultado una alta rsd (> 5%) Agregue 30 se**gundos y analice las muestras que determinan la rsd nuevamente.

Por ejemplo, el carbón requiere 300 segundos (para otros, consulte las notas de la aplicación).
Temperatura de descomposición = 650 ° C para la mayoría de las muestras (ver también notas de aplicación).
El tiempo de purga es de 60 segundos para la mayoría de las muestras.

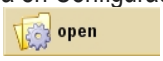
Después de cargar todas las muestras en la bandeja de muestras (en el caso del auto-mode) y los datos ingresados en "Medición DMA", abra la tabla "Resultados" de "DMA-80 Measurement \ Data" y presione el botón "Comenzar – Start ". A medida que se analizan las muestras, la absorbancia aparecerá en la tabla "Resultado" debajo de la columna "Altura", la cantidad absoluta de Hg en la muestra bajo la columna "Hg (ng)" y la concentración de Hg en "C (µg / kg)".

8.12 EASYDOC

El software easyDOC permite la descarga de todos los valores medidos y parámetros del sistema. Todos los datos se pueden guardar y archivar en el PC, abrir, imprimir y exportar; los archivos de datos pueden mostrarse en forma de gráficos y tablas; y se pueden guardar en formatos Excel, ASCII, PDF y JPG. No es posible manipular los archivos de datos originales.

Este programa sirve para visualizar datos anteriormente analizados; para acceder a él, diríjase al escritorio del computador y oprima doble clic, allí se mostrará el menú principal de easyDOC.

Botones principales archivos abiertos

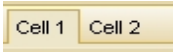
ABRIR ARCHIVOS Esto abre el Explorador, que puede abrir un archivo existente. La ruta seleccionada en Configuración aparecerá. Seleccione la Carpeta y el Archivo deseados.  (Equipo/Disco local (C:)/DMA80) Seleccione la Carpeta y el Archivo deseados	
HACER CAPTURA DE PANTALLA	

Esto generará una copia de la pantalla del terminal. El punto en el menú también se puede recuperar con la captura de pantalla de comunicación.	
DESCARGAR El archivo seleccionado se descargará de la terminal a la PC y se anunciará en el software easy-DOC. El archivo puede ser guardado. El punto en el menú también se puede recuperar con descarga de comunicación. Consulte también el capítulo Carga de descarga de archivos.	
IMPRESIÓN Al presionar el botón Imprimir, aparecerá la vista previa de impresión. El documento puede ser impreso. Los archivos también se pueden imprimir a través de File Print. Imprimir pantalla.	
SALIR Toca Salir para finalizar el programa. El programa también puede finalizar a través de File Exit.	

Use los siguientes botones para las curvas correspondientes.

MOSTRAR PUNTO DE CALIBRACION Se indicará el valor numérico en el punto de calibración correspondiente.

MOSTRAR PUNTO DE CALIBRACIÓN FUERA DEL CÁLCULO Se indicará el valor numérico en el punto de calibración correspondiente fuera de la curva.

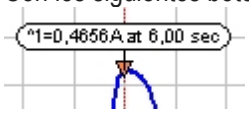
Los puntos marcados con X en rojo no se usan para calcular el coeficiente de regresión. Consulte el Manual del operador de DMA 80. Dependiendo de dónde se encuentre el punto de calibración, es necesario cambiar a la otra cubeta para mostrar el valor relacionado. 

Los archivos de datos con la extensión *. d80 se pueden abrir.

.La pantalla de la izquierda mostrará los datos de Muestra, Programa y Resultados. El lado derecho muestra el proceso de señal de la muestra seleccionada.

Haga clic en la selección de vista general para ordenar la columna en orden ascendente o descendente.	
GUARDE LA TABLA DE MUESTRAS (SEÑAL) COMO EXCEL FILE Los datos se exportan como archivo de Excel.	
GUARDAR TABLA DE MUESTRAS (SEÑAL) COMO ASCII Los datos se exportan como archivo ASCII.	
COPIE LA TABLA DE MUESTRAS (SEÑAL) AL CLIPBOARD Los valores se guardan en el portapapeles.	
SEÑAL DE IMPRESIÓN La ventana de impresión se abrirá.	

GRÁFICO

El diagrama de señal se puede desvanecer dentro o fuera con los siguientes botones.	
MOSTRAR MARCAS GRÁFICAS Con los siguientes botones puede aumentar o disminuir la altura de la señal, la retención 	

8.13 MENSAJES DE ERROR Y SOLUCIÓN DE PROBLEMAS

LÍNEA DE ESTADO
En el menú principal del sistema, se encuentra el estado actual de la unidad.

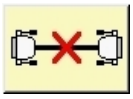
DMA_NO_ERROR
El sistema está en modo de espera y está listo para la medición de la muestra.

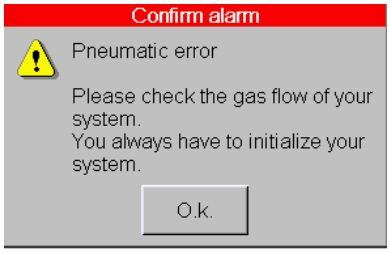
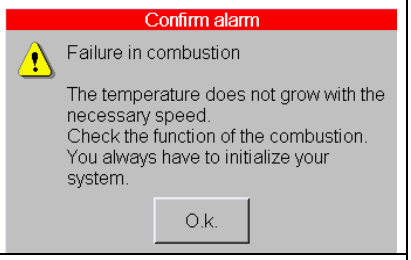
DMA_MEASURE_IN_PROGRESS
La medida está en proceso.

DMA_MOVE_IN_PROGRESS
La placa giratoria o los cilindros neumáticos se están moviendo.

TREAD STOPPED Este mensaje aparece solo durante muy poco tiempo después de que la medición se haya interrumpido presionando el botón Detener. Presione el botón de inicio rojo-verde y el sistema está nuevamente listo para comenzar.	

ERRORES Y SOLUCIÓN

INIT Cuando el software reconoce un error, aparece un mensaje de error en la pantalla. Después del acuse de recibo, el mensaje de error también aparecerá en la línea de estado. Después de reparar el error (por parte del usuario, si esto es posible), la unidad debe reiniciarse haciendo clic en Init (el botón Init aparece sobre el botón de Inicio).	
ERROR DE COMUNICACIÓN Si la comunicación entre DMA se altera, o el DMA no reacciona a una instrucción, el error de comunicación es indicado. Compruebe si el cable de conexión del DMA-80 ⇔ está correctamente conectado.	
EN BUSCA DE PARÁMETRO	

Si aparece un reloj de arena en Inicio significa que aún no se han alcanzado los parámetros (equilibrio). El parámetro relacionado parpadeará en la página del sistema.	
DMA_LIGHT_BARRIER_ERROR El sistema DMA controla en todo momento el giradiscos Auto-muestreador. Cuando se inicia el software, buscará y encontrará la posición de referencia (doble orificio en la bandeja en la posición 31). Sacar la bandeja de muestras interferirá con el sensor de luz de posición y el software mostrará el mensaje de error. Esto significa que la posición de la plataforma giratoria ya no es conocida por el sistema. Verifique que la plataforma giratoria esté insertada correctamente e inicialice la unidad con Init.	
DMA_CALIBRATION_ERROR **Error de inicialización:** Durante la inicialización del auto-muestreador, si la posición de referencia del giradiscos (doble orificio en la posición 31) no se encuentra dentro de un giro completo (360 °), se muestra el error de calibración. Asegúrese de que la bandeja de muestras esté insertada correctamente y **reinicie el equipo haciendo clic en el botón de inicio "init".**	
DMA_PNEUMATIC_ERROR **Error neumático:** Los actuadores neumáticos no se movieron después de que se envió el comando desde la terminal. El motivo puede deberse a una línea de oxígeno bloqueada o desconectada (botella vacía o ajuste incorrecto del regulador de presión) o los actuadores neumáticos están bloqueados. Verifique la línea de oxígeno y reinicie el equipo.	
DMA_T1_FAILURE Este mensaje indica que el aumento de temperatura medido fue demasiado bajo si se compara con el valor requerido. Esto significa que la bobina de calentamiento para secado / descomposición no está funcionando, o el valor requerido es demasiado alto. Inicialice el equipo desde la Página del sistema.	
DMA_MOVE_ERROR **Mover error:** No se envió ninguna señal a la barrera de luz dentro de un cierto tiempo, aunque la bandeja de muestra se debe mover. Asegúrese de que la bandeja de muestras no esté bloqueada. Ver también Error de inicialización.	

MA_CONTROLLER_ERROR

Hay una pequeña placa de CPU / controlador instalada dentro del DMA-80. Cuando el sistema está encendido, la placa arranca y comprueba el sistema. Este mensaje de error indica que la placa CPU / controladora no funciona correctamente.
Vuelva a encender el sistema o llame al servicio de representación local de Milestone.

DMA_HARDWARE_VERIFY_ERROR

La señal de la barrera de luz es controlada varias veces por la placa controladora antes de ser reconocido como válido. Por lo tanto, se garantiza que ninguna perturbación eléctrica falsifica la señal. El mensaje de error significa que la señal no se recibió correctamente.

8.14 MANTENIMIENTO DMA-80

Drenaje del compresor.

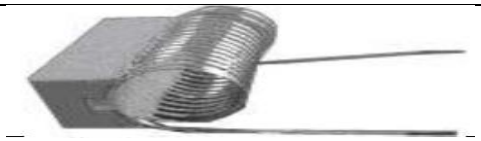
Semanalmente se debe drenar el agua condensada dentro del tanque de aire del compresor. Realice esta operación con el compresor apagado. Levante el compresor del extremo opuesto a los manómetros, localice el tapón inferior ubicado entre las dos "patas" y gírelo en el sentido de las agujas del reloj hasta que toda el agua retenida sea expulsada. Ajuste nuevamente el tapón.

Reemplazo periódico de partes.

Algunas partes del equipo son consumibles y deben ser reemplazadas periódicamente, en función de su uso. Tenga en cuenta esto para el plan de compras anual y el plan de intervención metrológica de equipos, con el fin de evitar contratiempos en el uso del instrumento.

PARTES PARA SER REMPLAZADAS (CONSUMIBLES).

Código de referencia	Pieza	Descripción – tiempo de cambio.
DMA8333.		Catalizador: 6 meses si el equipo se utiliza frecuentemente, 1 año si no se usa con tanta frecuencia, y en caso de análisis de muestras orgánicas el tiempo de vida del catalizador puede ser menor a 6 meses.

DMA8134		Amalgamador completo con dos conexiones (2 Juntas de silicona): 6 si el equipo se utiliza frecuentemente, 1 año si no se usa con tanta frecuencia.
		Lámpara de Hg Tri-cell:2 años
70200		Trampa de Hg: 1 año
DMA-8058/B.		Bobina de calentamiento para amalgamador: 1 año o menos ya que la calefacción no es homogénea.
DMA8347		Celdas o botes de cuarzo (10 piezas) 4 años.
SL0108		PU- Tubo diámetro 6/4 mm. Para el suministro de aire interno de oxigeno
SO0376D		Bobina de calentamiento para secado/ descomposición.
DMA8057		Portador de la embarcación de muestra anillo 20 X 3 para sensor de temperatura interno.

Sustitución del catalizador / amalgamador

El catalizador y amalgamador tiene un período de vida útil (5000 ciclos).

8.14.1 Cómo quitar el catalizador y el amalgamador

Durante el mantenimiento de rutina del DMA-80, este debe estar APAGADO y desconectado de la fuente de alimentación. El suministro de oxígeno debe estar APAGADO. Cambie los consumibles internos solo después de que la unidad se haya enfriado a temperatura ambiente. ¡Use protección corporal durante el mantenimiento!

1.Abra la unidad usando la llave de la carcasa.

2.Levante la cubierta del chasis con bisagra para exponer los componentes internos.

3.Retire el tornillo rojo y la cubierta del amalgamador para proporcionar acceso al amalgamador.

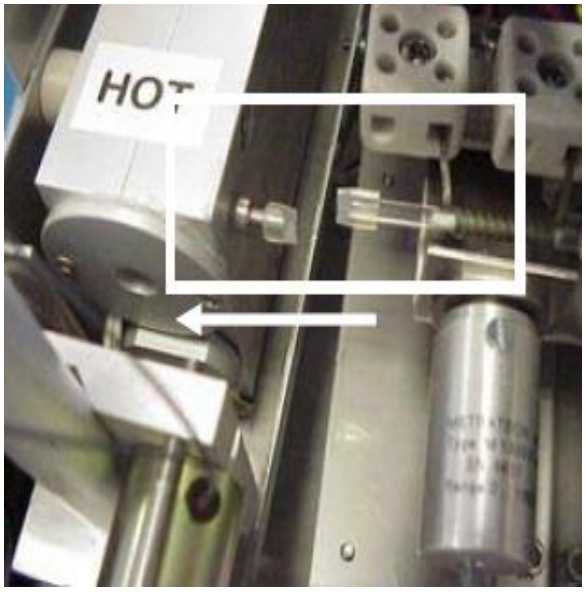
4.Usando una hoja de afeitar, (bisturí) corte la junta de silicona entre la cubeta y el amalgamador, en el lado izquierdo del amalgamador.

Use una nueva afeitadora, el tubo de silicona es flexible y la bobina del calentador es frágil y puede deformarse.

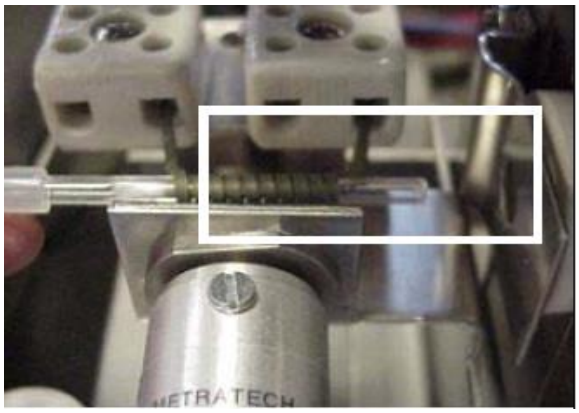
5.Corta la junta de silicona entre el amalgamador y el tubo de catalizador, en el lado derecho del amalgamador.

6.Afloje el tornillo rojo ubicado en el módulo de la cubeta y retírelo.

7.Mueva el módulo de la cubeta hacia la izquierda.

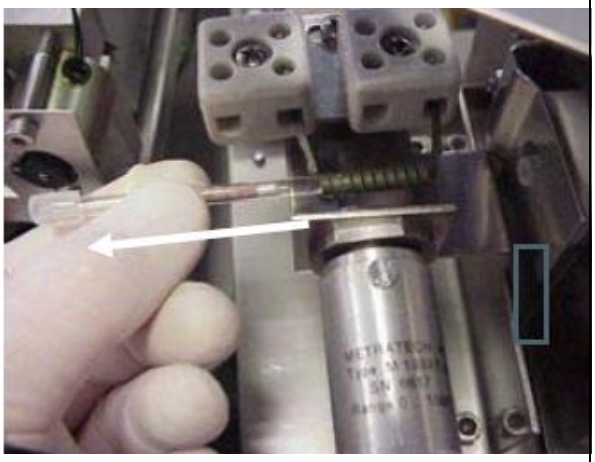


8.Limpie el tubo del amalgamador del residuo del tubo de unión utilizando el bisturí - vea la siguiente imagen.

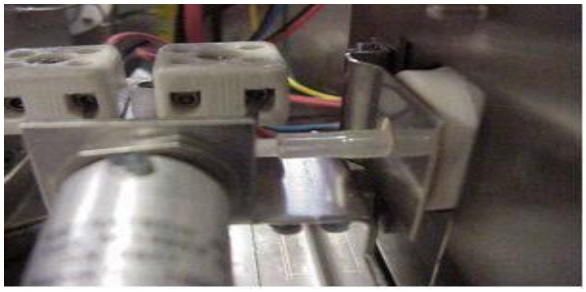


Elimine por completo el material de la junta de silicio residual del extremo derecho del amalgamador utilizando la hoja de afeitar o bisturí; de lo contrario, la bobina del calentador frágil podría deformarse o dañarse.

9.Retire el amalgamador de la bobina de calentamiento.



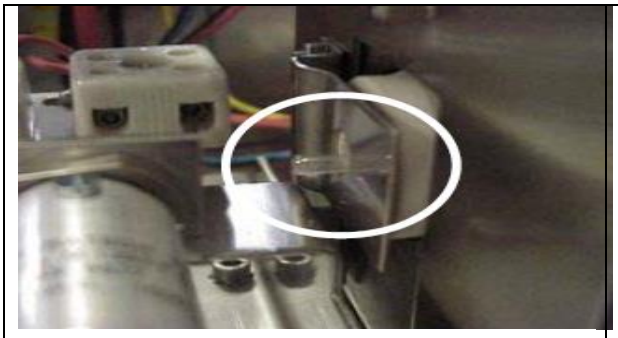
10.Retire cualquier material de junta de silicio residual del tubo de catalizador con la máquina de afeitar o bisturí.



El soporte de cerámica entre el tubo de catalizador y el cilindro de cerámica puede dañarse. Nuestra sugerencia es que cuando utilice la maquinilla de afeitar o bisturí lo mueva horizontalmente de izquierda a derecha, eliminando una pieza pequeña con cada pasada.

11.La siguiente imagen muestra el extremo izquierdo limpio del tubo de catalizador.

12.Retire cualquier material de junta de silicio residual del bloque de cubetas. A continuación, se muestra una imagen del bloque limpio.

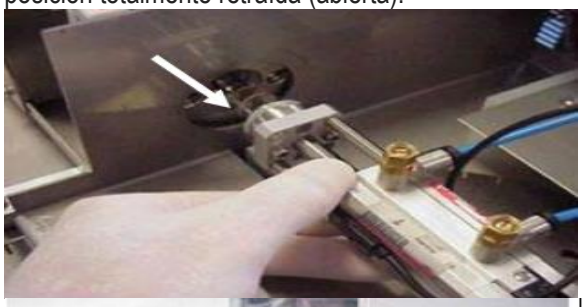


13. Desatornille los dos tornillos rojos de la cubierta del horno de secado / descomposición.

14. Retire el escudo.

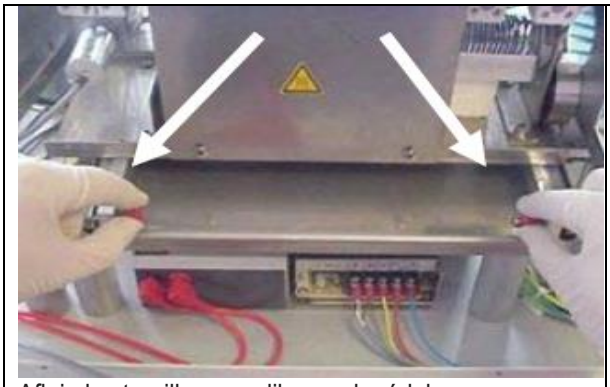
15. **Cierre el flujo de gas de oxígeno antes de realizar la siguiente operación.**
Retire el conector de suministro de oxígeno, en la parte posterior del instrumento, presionando el conector de la unidad con la mano y tirando del tubo de gas. Ahora la presión de gas interna se alivia y es posible mover manualmente los actuadores neumáticos de izquierda a derecha.

16. La siguiente imagen muestra los actuadores en la posición totalmente retraída (abierta).

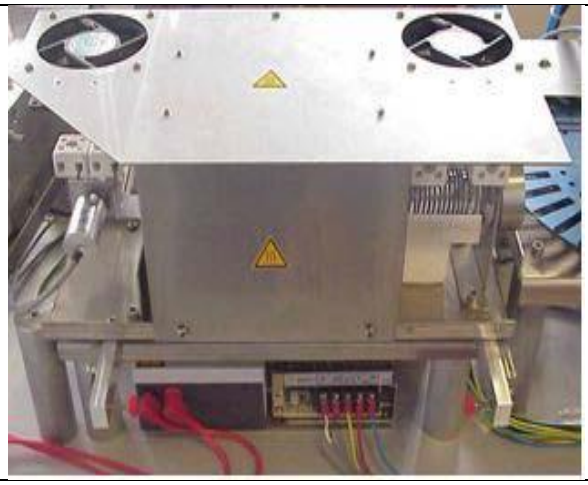


17. Desatornille los tornillos rojos ubicados a la izquierda y derecha del módulo del catalizador. Tire suavemente del horno hacia delante sobre las vías hasta que se detenga.

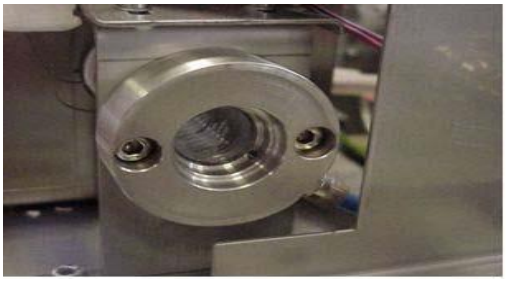
18. La siguiente imagen muestra el horno en la posición completamente abierta.



Afloje los tornillos para liberar el módulo, pero no quite completamente los tornillos.

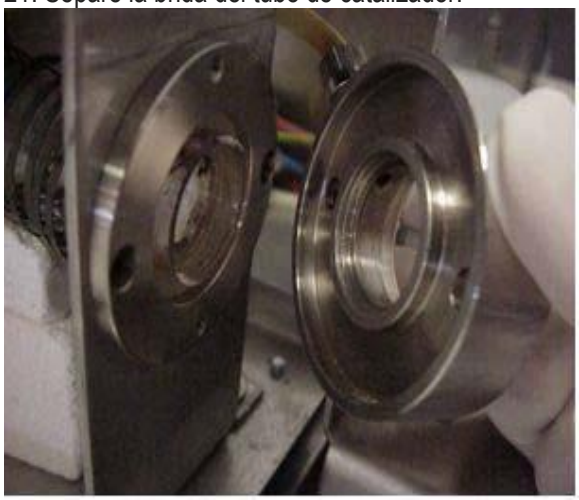


19. La siguiente imagen muestra en el lado derecho del módulo del horno, que sostiene el tubo de catalizador.



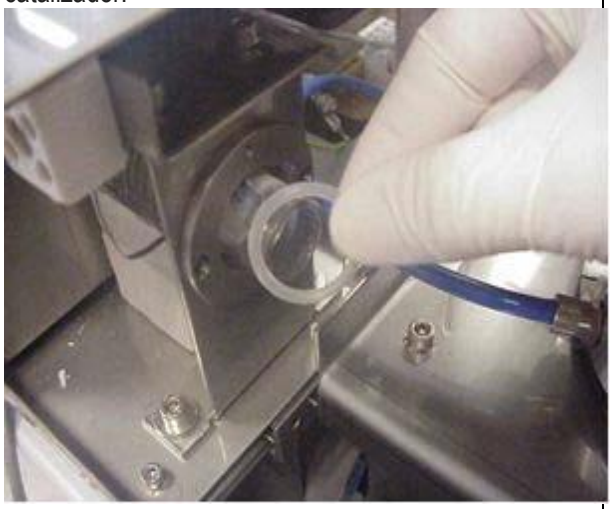
20. Retire con el destornillador de 4 mm.

21. Separe la brida del tubo de catalizador.



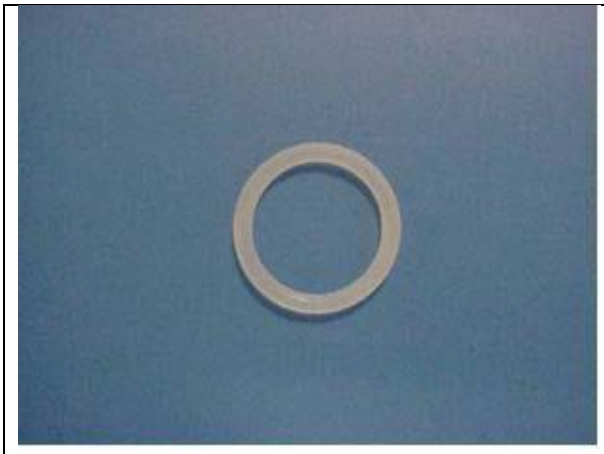
Con su dedo, presione y sostenga suavemente el tubo de catalizador en su lugar durante este proceso.

22. Retire la junta tórica de silicona del tubo de catalizador.



23. La siguiente imagen muestra la junta tórica de silicona incluida en el paquete de las piezas de repuesto del tubo de catalizador N / P 8333.

24. Retire suavemente el tubo del catalizador tirando hacia afuera.

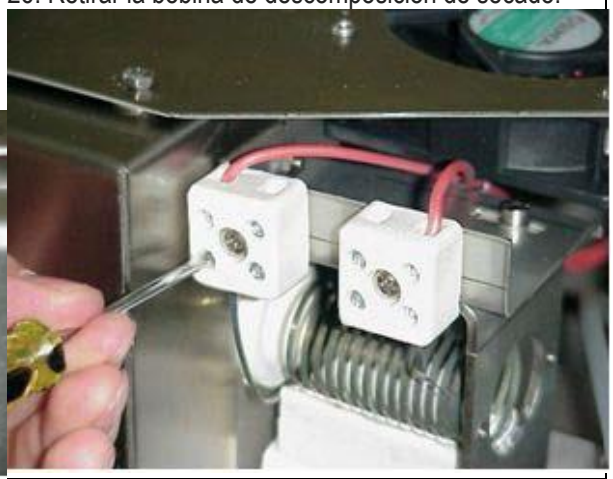


Al reemplazar el catalizador y el amalgamador, las juntas de silicona y todas las juntas tóricas deben cambiarse para garantizar el funcionamiento correcto del instrumento.

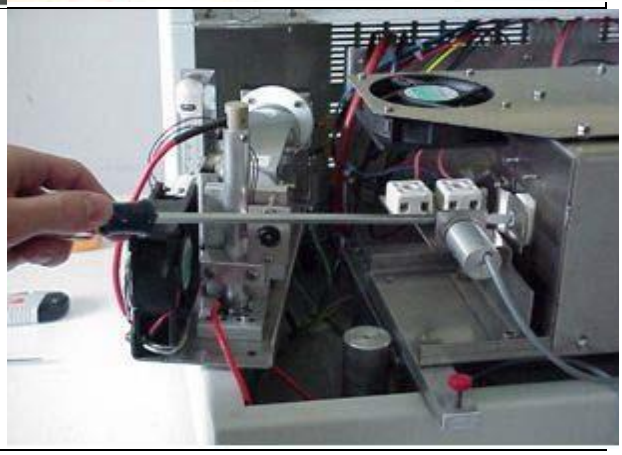
Después de retirar las juntas tóricas, limpie el interior de la brida con un pañuelo de papel para eliminar cualquier combustión o residuos de procesamiento de muestra.

25. Si el "disco aislante de cerámica" en el lado izquierdo del horno está agrietado, continúe con el siguiente paso. "Cómo instalar el catalizador y el Amalgamador".

26. Retirar la bobina de descomposición de secado.

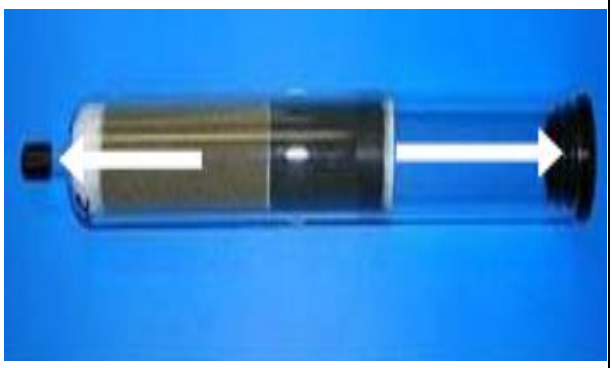


Use el destornillador largo para sacar el "disco aislante de cerámica" del horno de catalizador. Inserte el nuevo "disco aislante de cerámica" del lado derecho del horno del catalizador. Limpie los cables de la bobina de secado / descomposición con papel de lija para asegurar un buen contacto eléctrico. Luego, vuelva a instalar esos cables en sus posiciones originales en la parte inferior del bloque conector de cerámica. Los cables de la bobina están en serie con los cables de alimentación eléctrica (cables rojos) que ya están conectados al bloque conector de cerámica desde la parte superior. Apriete los cables de la bobina firmemente.



8.15 CÓMO INSTALAR EL CATALIZADOR Y EL AMALGAMATOR

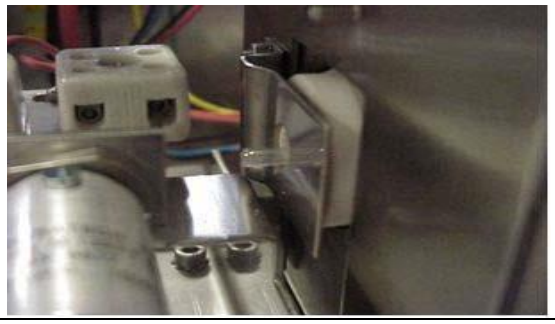
1. Retire los tapones del nuevo tubo de catalizador.



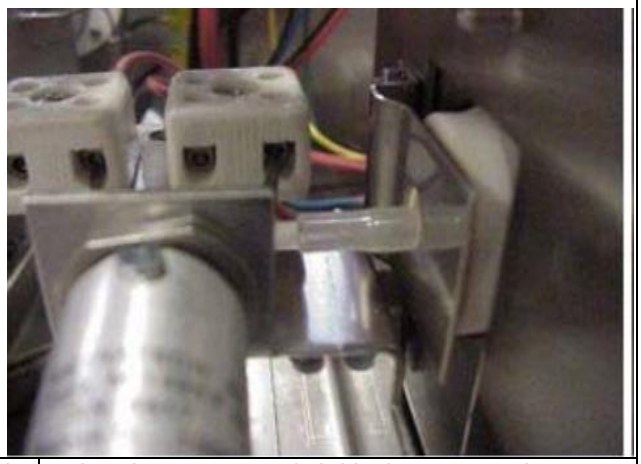
1. Introduzca el nuevo tubo de catalizador evitando el contacto con la bobina de calentamiento.

3.La siguiente imagen muestra la posición correcta del catalizador y el "disco aislante de cerámica" dentro del módulo del catalizador.

4.El extremo izquierdo del tubo de catalizador emergerá como se muestra, verifique la posición correcta entre el tubo de catalizador y el "disco aislante de cerámica" del lado izquierdo del módulo de catalizador.

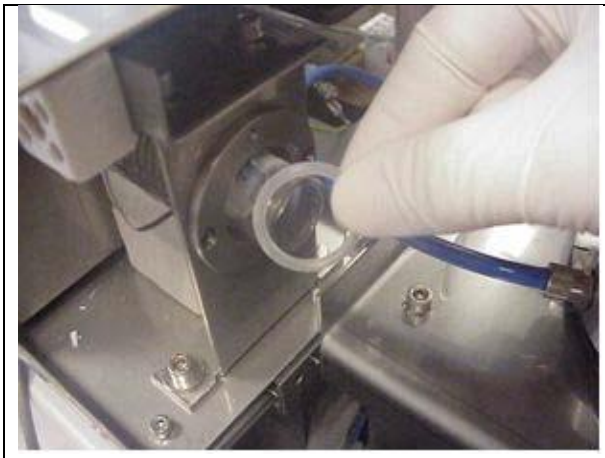


5.Coloque una nueva junta de silicona en el tubo de catalizador.
Evite el contacto directo de la junta de silicio con el "disco aislante de cerámica" o el soporte de acero, la alta temperatura de funcionamiento dañará la junta de silicio, causando problemas con el flujo de gas.

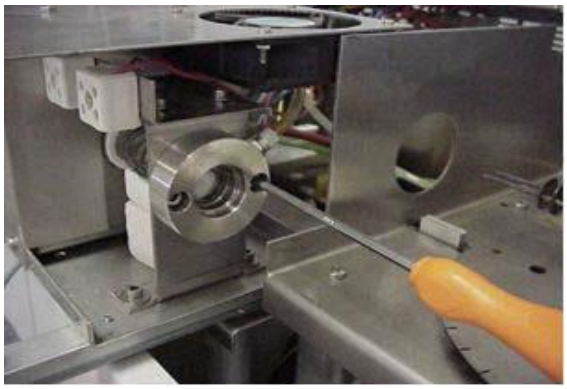


6.Introduzca la junta tórica de silicona en el tubo de catalizador.

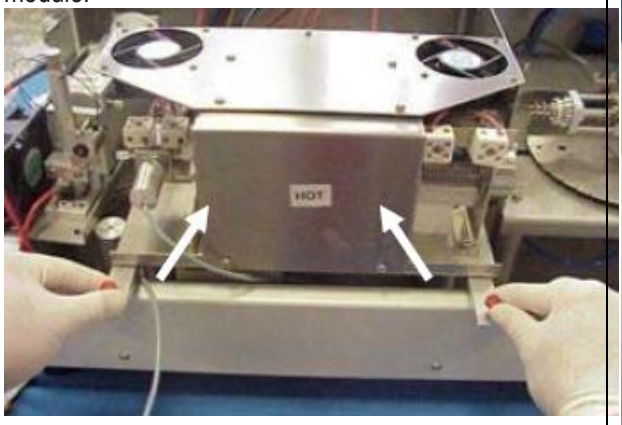
7. Instale suavemente la brida de acero en el extremo derecho del tubo de catalizador y asegúrela con un destornillador hexagonal de 4 mm. Asegúrese de que no haya espacio entre el catalizador y el borde de la



brida. El extremo del tubo de catalizador debe estar completamente en contacto con la brida. Con su dedo, presione y sostenga suavemente el tubo de catalizador en su lugar durante este proceso

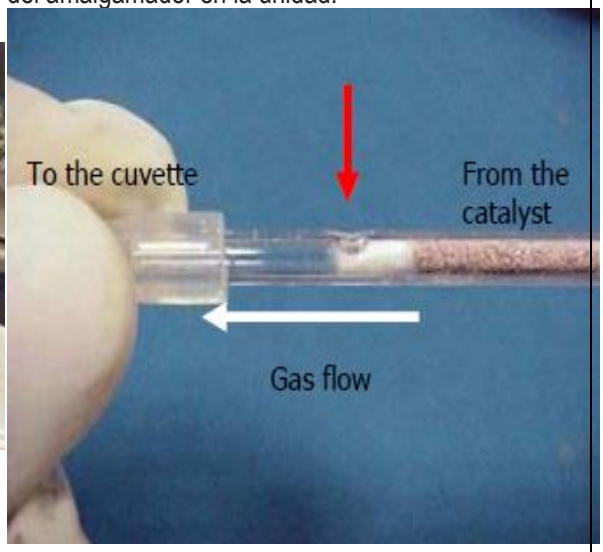


8. Empuje el módulo del horno catalizador de nuevo a su posición completamente instalada y asegure el módulo.



Asegúrese de que el módulo no se levante al apretar los tornillos. Un horno en ascenso indica que los tornillos no están en su camino correcto.

9. La siguiente imagen muestra la posición correcta del amalgamador en la unidad.

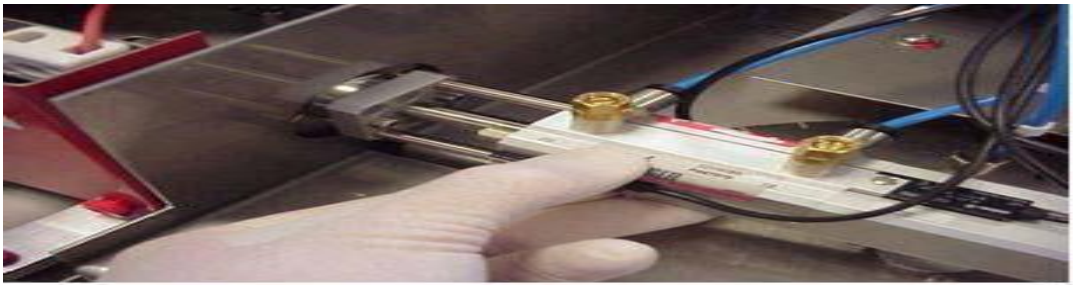


11.Conecte el amalgamador con una nueva junta de silicona.

El relleno del amalgamador debe estar cubierto de manera completa y uniforme por la bobina del calentador. Si es necesario, las bobinas se pueden estirar ligeramente para cubrir el amalgamador.
¡Asegúrese de que la unidad esté desconectada de la fuente de alimentación antes de realizar esta operación!

12.Ahora conecte el bloque de cubetas al amalgamador usando otra junta de silicona nueva, luego, apriete el tornillo rojo en el módulo de cubeta para asegurar el módulo.
El tubo amalgamador no debe estar en contacto directo con el bloque de la cubeta o el tubo del catalizador. En esencia, debería flotar en las juntas de silicio con un espacio de 2 mm en cada extremo entre el amalgamador y la cubeta / tubo de catalizador.

13.Reemplace el protector de la bobina de secado / descomposición, así como la cubierta del amalgamador con los tornillos rojos. Ahora el catalizador y el amalgamador están instalados correctamente.



Mueva manualmente los actuadores neumáticos de derecha a izquierda, asegurándose de que estén alineados correctamente; consulte el capítulo "Cómo hacer la alineación de los actuadores neumáticos".

14.Cierre el chasis usando la llave de la carcasa para bloquear la carcasa. Reemplace la bandeja de muestra. Conecte el cable de alimentación y el oxígeno. Ahora abre el flujo de oxígeno.
Después de aprox. 15 minutos, el mensaje "LISTA" indicará que el DMA-80 está listo para funcionar.
Para evitar dañar el diafragma del regulador, abra la válvula del tanque solamente cuando la unidad DMA-80 y el terminal o la PC se comunican, realice ajustes a la presión **de 0 a 4 bar (60 psig).**

Antes de comenzar la calibración, es necesario un procedimiento para la activación del catalizador / amalgamador:

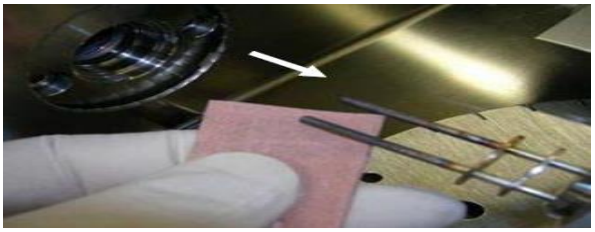
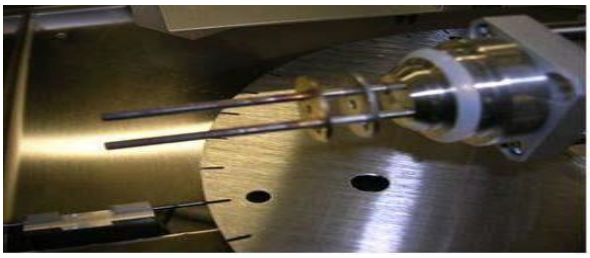
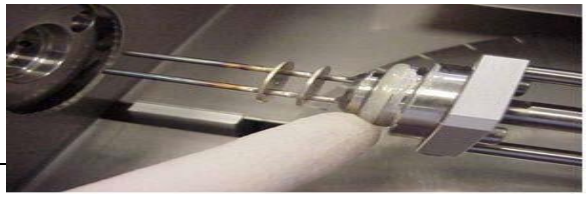
Tri - cell DMA 80 - Procedimiento para la activación del catalizador / amalgamador						
Corrida	Reactivo / tipo de muestra	Cantidad de muestra	Temperatura máxima de INICIO	Tiempo de secado / cenizas	Temperatura de secado / cenizas	Tiempo de purga
n.1	Harina	100 mg	200°C	1 minuto	200°C	60sec
n. 2	HNO_3 5% *			2 minutos	650°C	
				1 minuto	650°C	
*: barco de cuarzo (sugerido)						

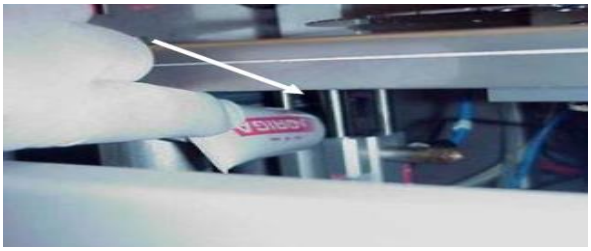
Repita al menos 5 veces el procedimiento anterior, hasta la absorbancia <0.0030 Después del acondicionamiento, se requiere una prueba de estabilidad.
Repita 5 veces: **un estándar acuoso fresco de 100ppb, el RSD debe ser <1.5%.** Para esta evaluación no es importante la recuperación, sino solo la estabilidad de DMA para que se pueda usar la curva de calibración previa.
Si la prueba de estabilidad es de acuerdo con las especificaciones, proceda a realizar una nueva calibración (consulte el manual del usuario); de lo contrario, repita el procedimiento de acondicionamiento nuevamente.

¡Si la unidad no se usa durante mucho tiempo, se sugiere el procedimiento para la activación del catalizador / amalgamador!

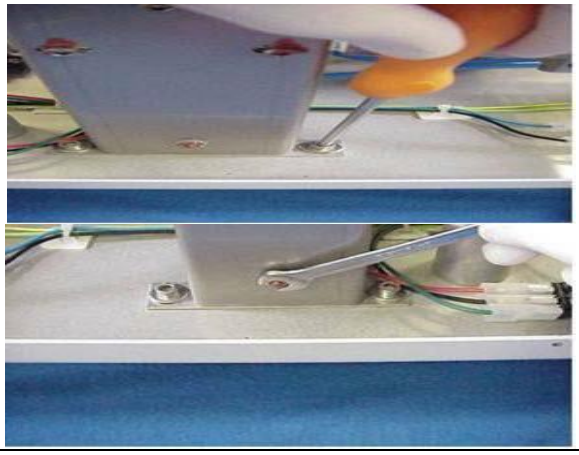
Se sugiere limpiar los botes de muestra de mercurio antes de comenzar a trabajar con las muestras. Para hacer esto, utilice una mufla o use el programa del método “Clean procedure.m80” del analizador DMA-80.
Repita el procedimiento de limpieza hasta que la absorbancia sea baja <0.003.

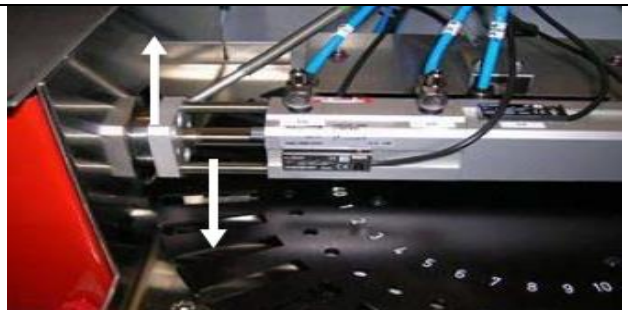
8.16 CÓMO HACER EL MANTENIMIENTO ORDINARIO A LOS ACTUADORES NEUMÁTICOS

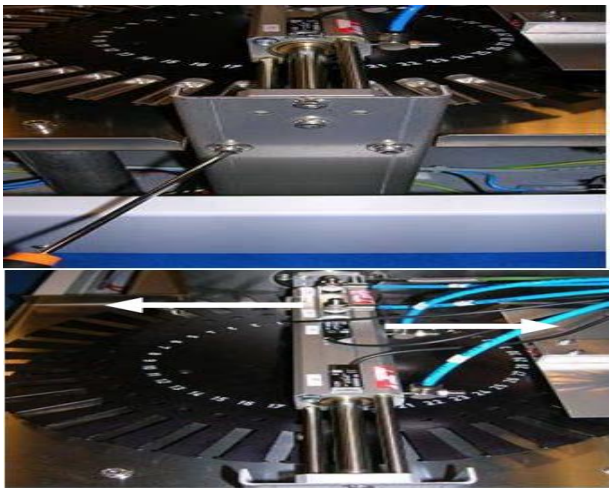
1.Libere el oxígeno como se explica en la primera parte del capítulo Mantenimiento. Abra el actuador neumático horizontal (brazo de entrega de la embarcación de muestra). La siguiente imagen muestra cómo limpiar las horquillas de sujeción del actuador con papel de lija.	
Reemplace la junta tórica Ø 20x3mm sello para el portabicicletas P / N OR0024.	
Ponga una cantidad muy pequeña de la grasa de mantenimiento en la junta tórica. La cantidad apenas debe "mojar" la superficie de la junta tórica. No debe haber "pegotes" visibles de lubricante.	
Extienda la grasa de mantenimiento en la junta tórica con el dedo. Puede ser más fácil eliminar primero la junta tórica.	

Además, use periódicamente la grasa de mantenimiento para lubricar ligeramente todas las varillas de acero expuestas de los actuadores horizontales y verticales, como se muestra.	

8.17 CÓMO ALINEAR CORRECTAMENTE LOS ACTUADORES HORIZONTALES

Libere el oxígeno como se explica en la primera parte del capítulo Mantenimiento. Retraiga completamente los actuadores horizontales. Verifique la posición de alineación entre el soporte del barco de muestra y la brida. Verifique que la junta tórica de sellado en el soporte de la embarcación está haciendo un contacto uniforme alrededor de la brida. Si no está centrado, vea el procedimiento a continuación.	
Para realizar el ajuste vertical del actuador horizontal, haga lo siguiente: El actuador horizontal está asegurado a una plataforma de acero conectada a la placa inferior del chasis del instrumento. Use un destornillador hexagonal de 4 mm para aflojar los dos tornillos que aseguran la plataforma del actuador a la placa inferior. Use una llave de 7 mm para realizar la alineación ajustando la tuerca hexagonal que se muestra en la figura.	
Girar la tuerca de alineación en el sentido de las agujas del reloj elevará ligeramente el actuador con cada giro. Al girar la tuerca de alineación en sentido contrario a las agujas del reloj, se bajará ligeramente el actuador con cada giro. Recuerde sujetar los dos tornillos hexagonales a la placa inferior cuando termine de hacer el ajuste.	

	
El actuador horizontal también debe alinearse correctamente de adelante hacia atrás con respecto a la plataforma del instrumento. La imagen muestra la alineación correcta que resulta en un cierre uniforme de la junta tórica de sellado.	
La siguiente imagen muestra un contacto deficiente del oring de sellado hacia el lado posterior de la brida. El actuador está posicionado demasiado adelante.	
La siguiente imagen muestra un contacto deficiente del oring de sellado hacia el lado frontal de la brida. El actuador está posicionado demasiado atrás.	

Use un destornillador hexagonal de 3 mm para realizar el ajuste. Cada vez que se realiza un ajuste, ambos tornillos deben girarse siempre, en direcciones opuestas, y en la misma extensión de rotación. Al girar el tornillo hacia la izquierda en el sentido de las agujas del reloj (y el tornillo hacia la derecha) se moverá el actuador, en el plano horizontal hacia la parte frontal del chasis. Girar el tornillo derecho en el sentido de las agujas del reloj (y el tornillo izquierdo en el sentido contrario a las agujas del reloj) moverá el actuador en el plano horizontal hacia la parte posterior del chasis.	
La última imagen muestra el actuador en la posición completamente cerrada bajo flujo de oxígeno. Tenga en cuenta que el soporte de la embarcación de muestra está completamente insertado en la brida y que la junta tórica de sellado no es visible.	

8.18 APAGAR EL EQUIPO DMA-80

- Retire los botes o celdas de cuarzo del disco del auto muestreador.
- Cierre la sesión pulsando X en el extremo superior derecho de la pantalla. En el cuadro de diálogo desplegado, confirme la intensión de apagar el equipo pulsando Sí.
- Apague el interruptor principal del DMA-80.
- Apague el compresor girando la perilla OFF- ON, en sentido contrario a las manecillas del reloj.
- Apague la balanza analítica y el computador. Registre en el formato de control diario de manejo de equipo Formato M-S-LC-F. la fecha la hora de uso y las observaciones.
-

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

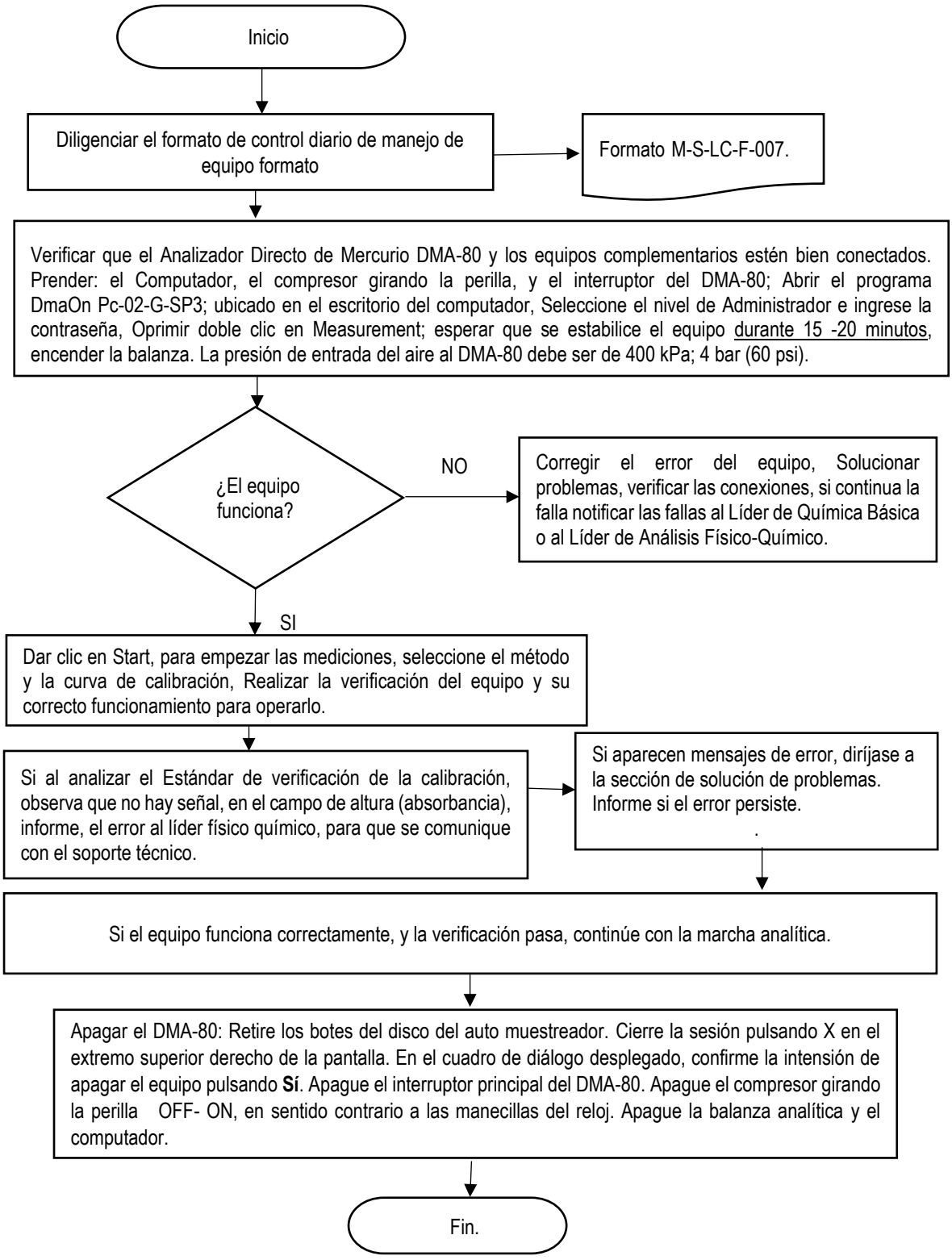
10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Milestone Srl. DMA-80 Operator Manual MA 122. Italy.

- DMA-80 Technical Specifications
- DMA-80 AC (Compresor)
- Hg Trap
- DMA-80 Application Book
- DMA-80 Tips and techniques
- Parts to be replaced
- User-Manual Balances 3Y series
- Familiarización DMA-80
- EasyDOC DMA User Manual-1
- New quartz boat 1.5ml

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	15/08/2018	Creación del documento con la nueva estructura del SGI.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:
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