

CINCIA Protocolos de Métodos M-002

Guía operacional del Equipo Milestone

DMA-80 Direct Mercury Analyzer

Procedimiento Operativo Estándar

CINCIA – Programa de Mercurio

Nombre Protocolo	:	Guía operacional del Equipo Milestone DMA-80 Direct Mercury Analyzer
Código Protocolo	:	M-002
Fecha publicación	:	05 agosto 2020
Autor	:	PhD Claudia M. Vega, Blga. Jessica Pisconte
Contacto	:	vegacm@wfu.edu
Revisado por	:	PhD Carol L. Mitchell. Asesora Científica – CINCIA
Aprobado por	:	Blgo. César Ascorra Guanira. Director Nacional - CINCIA

1. Resumen del procedimiento

En esta guía resumimos el paso a paso para realizar análisis de mercurio total usando el equipo analizador de mercurio DMA-80 en el Laboratorio de Mercurio y Química Ambiental – LAMQA del Centro de Innovación Científica Amazónica.

2. Introducción

En el Laboratorio de Mercurio y Química Ambiental (LAMQA) se desarrollan los análisis y experimentos a través del cumplimiento riguroso de métodos y protocolos que permiten brindar resultados confiables. El principal análisis que se realiza en LAMQA es el análisis de mercurio, el cual es llevado a cabo en un Analizador Directo de Mercurio (DMA-80) de la marca Milestone, un equipo de fácil manipulación que brinda resultados de la concentración de mercurio en muestras bióticas y abióticas de forma eficiente y rápida.

El presente documento **Guía de Uso del Equipo DMA-80**, fue creado con la finalidad de ser una guía del paso a paso a seguir para realizar la determinación de mercurio usando el DMA-80 en LAMQA, se explican las consideraciones previas al uso del equipo y los procesos del análisis de mercurio, convirtiéndose en una herramienta dinámica de consulta rápida para el personal que requiera hacer uso del DMA-80.

3. Materiales y equipos

- 01 micropipeta (volumen fijo 100 μ L)
- 01 micropipeta (volumen móvil 100 - 1000 μ L)
- 01 soporte para baquetas
- 30* baquetas de níquel (1 mL)
- 06* baquetas de cuarzo (1.5 mL)
- 01 pinza angulada (manipulación de baquetas)
- 01 par de guantes de nitrilo
- Analizador Directo de Mercurio (DMA-80 Milestone)
- Balanza analítica (OHAUS)
- Equipo de baño ultrasónico (Thornton)
- Mufla

*estas son las cantidades recomendadas, pero si no hay suficientes se puede lavar baquetas en el medio del proceso.

4. Reactivos y Estándares

- Material de referencia
- Solución de estándares (1 mL)
- Ácido nítrico al 10% (aproximadamente 0.5 mL)

5. Procedimiento Operativo

5.1 Documentos requeridos previos al análisis

Antes de iniciar el trabajo con el equipo DMA-80 se recomienda al personal que ingresará a LAMQA leer esta guía, así también:

Protocolo de seguridad de LAMQA: Incluye las normas de convivencia y seguridad.

Protocolo de análisis de la matriz con la que trabajará: Explica detalladamente los materiales que utilizará para el análisis de la matriz a ser analizada y será complementaria a esta guía.

Protocolo de uso de equipos: Detalla la estructura de cada equipo, normas de uso y procedimientos.

Recomendamos estas lecturas previas para asegurar el correcto funcionamiento de equipos en LAMQA y la aplicación de medidas de seguridad ante posibles accidentes. Estos protocolos pueden ser solicitados al encargado del laboratorio.

5.2 Acondicionamiento del ambiente de trabajo

En este punto explicaremos el mecanismo de adecuación del ambiente de la sala de DMA en LAMQA para asegurar el buen funcionamiento y preservación de equipos.

5.2.1. Encender el fluido eléctrico principal

En este paso nos encargaremos del encendido de fluido eléctrico y del aire acondicionado, el cual se desarrollará de la siguiente forma:

- Las palancas termomagnéticas N°2 y N°4 siempre deben estar encendidas ya que distribuyen energía al refrigerador que contiene los estándares líquidos de mercurio y la N°4 a los congeladores de la sala de preparación (Fig. 1).
- Dirigirse hacia la caja eléctrica que se encuentra en la Sala DMA y asegurarse que las palancas termomagnéticas N°7 y N°8 se encuentren encendidas, estas corresponden a la corriente eléctrica de la Sala DMA y aire acondicionado de la misma (Fig. 2).

NOTA: Es importante que el aire acondicionado esté encendido las 24 horas, para reducir la humedad de la Sala DMA y mantener una temperatura estable (22 -24°C) evitando daños en las piezas internas del equipo DMA-80.

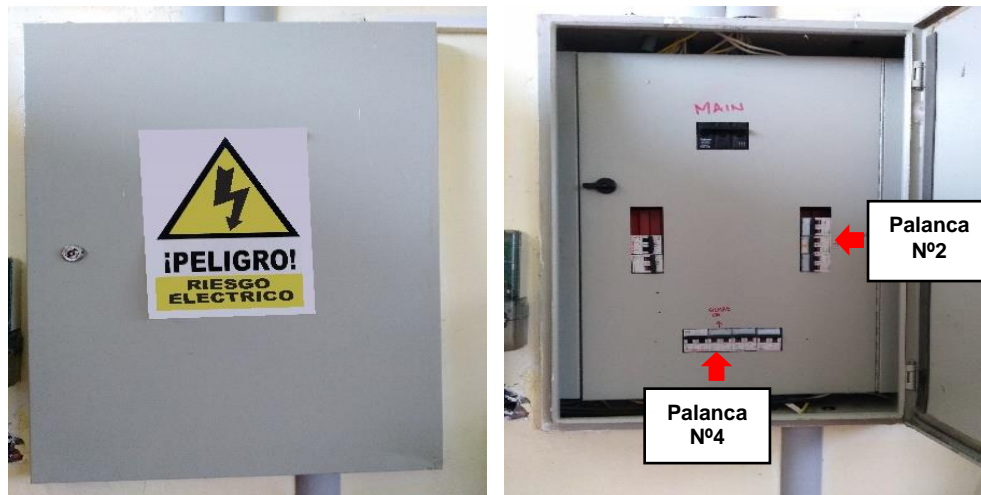


Fig.1 Vista detallada de las palancas termomagnéticas N°2 y N°4

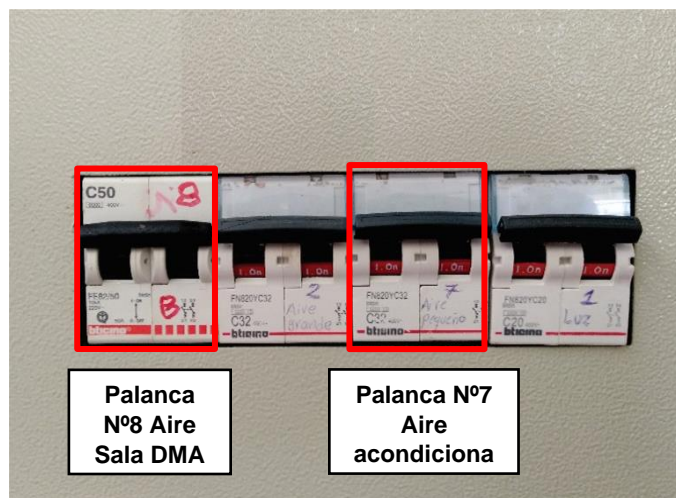


Fig.2 Caja eléctrica de la Sala DMA y palancas termomagnéticas N°7 y N°8

5.2.2 Mantenimiento del compresor de aire

Debido a la alta concentración de humedad que es una condición característica de la región de Madre de Dios, es necesario realizar un drenaje diario del compresor de aire con el objetivo de purgar el agua que pueda haberse acumulado internamente en el sistema. Para realizar este proceso, los pasos a seguir son:

Ubique el compresor que se encuentra debajo de la mesa del equipo DMA-80. (Fig.3).

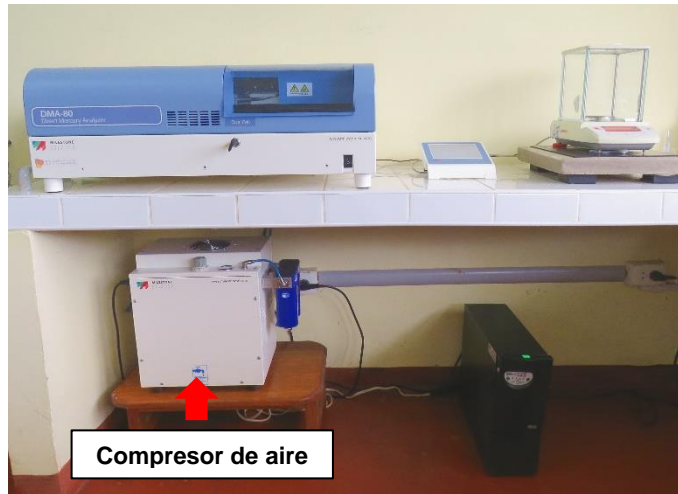



Fig.3 Ubicación del compresor de aire

Apague el compresor con el botón  que se encuentra en la parte posterior del equipo y desconecte el compresor de la fuente de poder (enchufe) (Fig. 4).

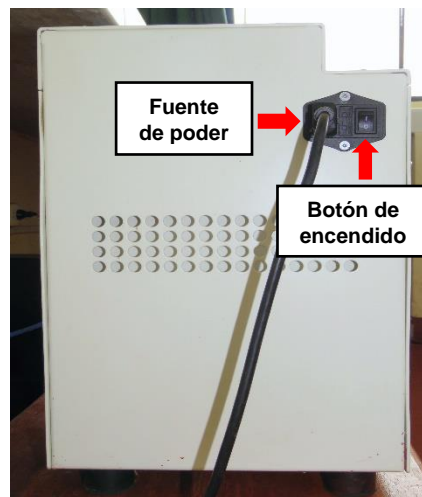


Fig.4 Vista posterior del compresor de aire

Mover el compresor ligeramente hacia afuera, iniciar el drenaje abriendo las llaves, primero la llave roja de drenaje que se encuentra en la parte lateral inferior del compresor y después las llaves plateadas de los cartuchos (desenroscándolas) que se encuentran en la parte inferior de los cartuchos azules (Fig. 5). En la salida del drenaje principal (llave roja) se coloca un envase para recepcionar el agua purgada. Se recomienda al final, inclinar el equipo un ángulo de 30 grados para facilitar la purga de toda el agua.

NOTA: Al abrir las llaves de drenaje es normal que el equipo expulse el agua del interior con mucha presión y con material particulado (polvo) mezclado.

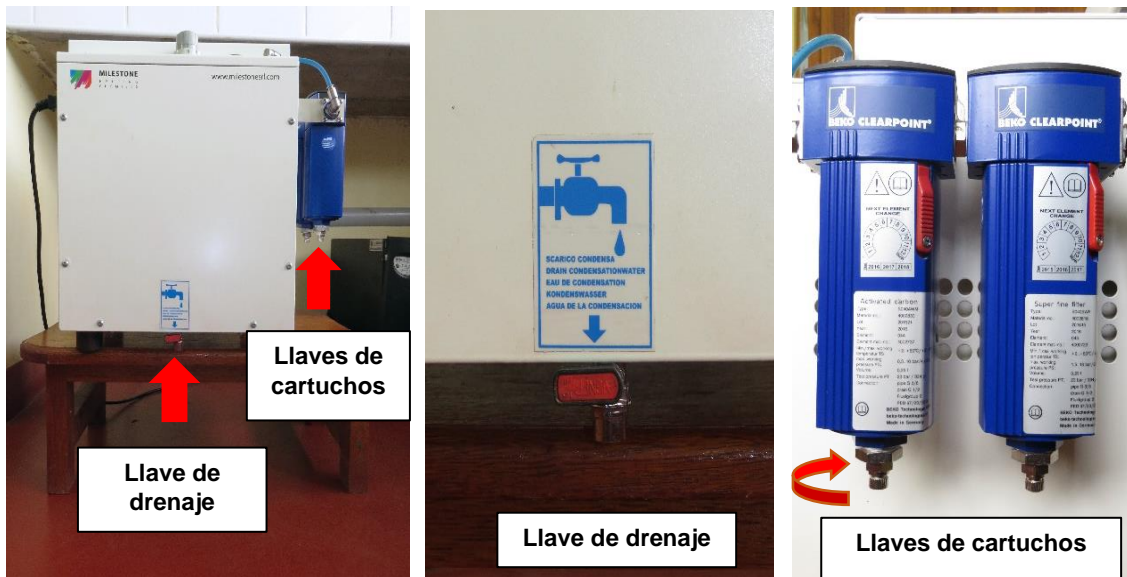


Fig.5 Vista detallada del compresor de aire

¡IMPORTANTE!

El compresor de aire debe ser conectado directamente a uno de los tomacorrientes, no conectar al UPS.

5.2.3 Conexión del Sistema de Alimentación Ininterrumpida (Equipo UPS)

El Sistema de Alimentación Ininterrumpida (Uninterruptible Power Supply en inglés) o equipo UPS es utilizado en LAMQA para proporcionar una mejor calidad de energía eléctrica para el equipo DMA-80 y la balanza analítica, protegiéndolos de subidas y bajadas inesperadas de energía. Para conectar el equipo UPS debe seguir los siguientes pasos:

El equipo UPS se encuentra debajo de la bancada del equipo DMA-80, deberá conectar el equipo UPS al tomacorriente que se encuentra en la parte posterior (Fig. 6).

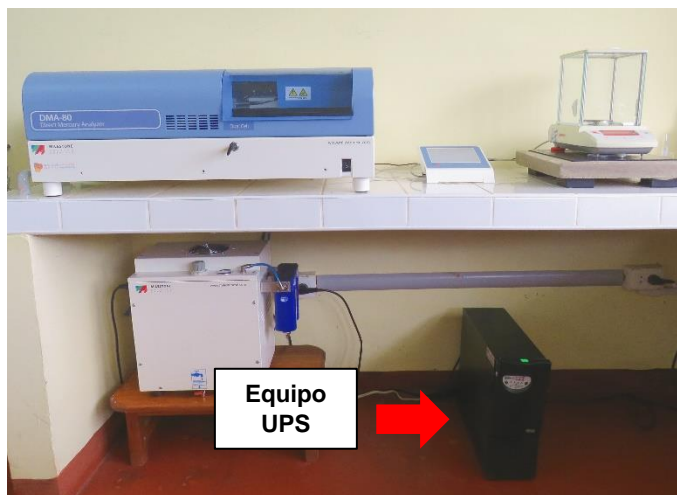



Fig.6 Ubicación del equipo UPS

En seguida, encender el equipo UPS presionando 2 veces continuas el botón y  finalmente una tercera vez hasta que emita un sonido. (Fig. 7)

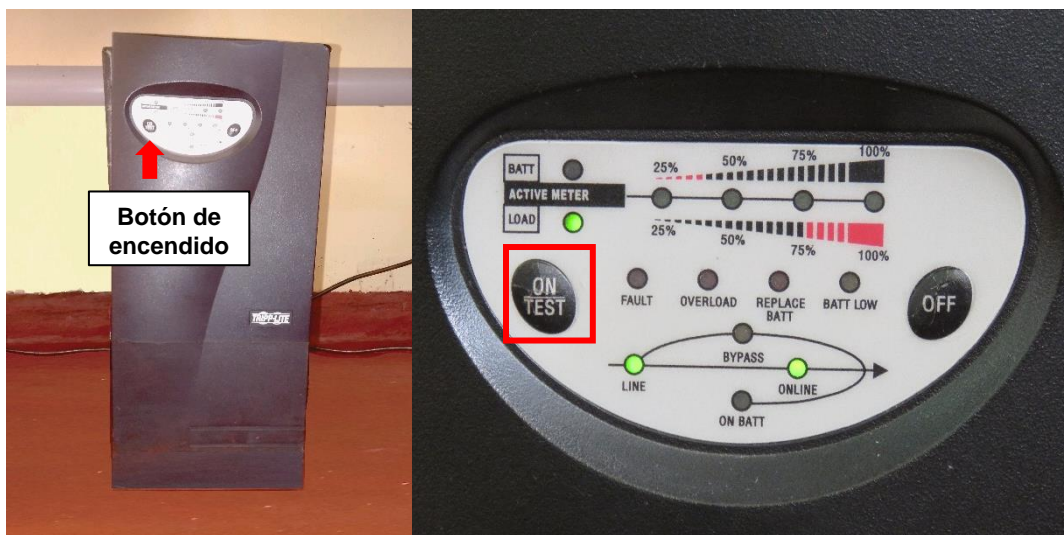


Fig. 7 Ubicación del botón ON/TEST del equipo UPS

En el equipo UPS deben estar conectados la balanza analítica y el DMA-80, las conexiones se encuentran en la parte posterior del UPS (Fig.8). Dichos equipos deben ser encendidos seguidamente.



Fig. 8 Vista posterior del Equipo UPS

NOTAS:

- Se recomienda dejar la balanza encendida por 15 minutos en cuarto climatizado para posteriormente comenzar a usar, dicho procedimiento mejora la estabilidad de la balanza analítica a la hora del pesaje.
- El DMA demora aproximadamente 10 a 15 minutos en su Fase de Inicialización (INIT) para calentarse y estar listo para el inicio de análisis.

5.3. Uso del equipo DMA

Luego de haber acondicionado el ambiente de trabajo iniciaremos el proceso de análisis. En la Fig.9 mostramos un diagrama de flujo de todos los pasos que deben ser considerados para el proceso de análisis de muestras de mercurio en LAMQA.

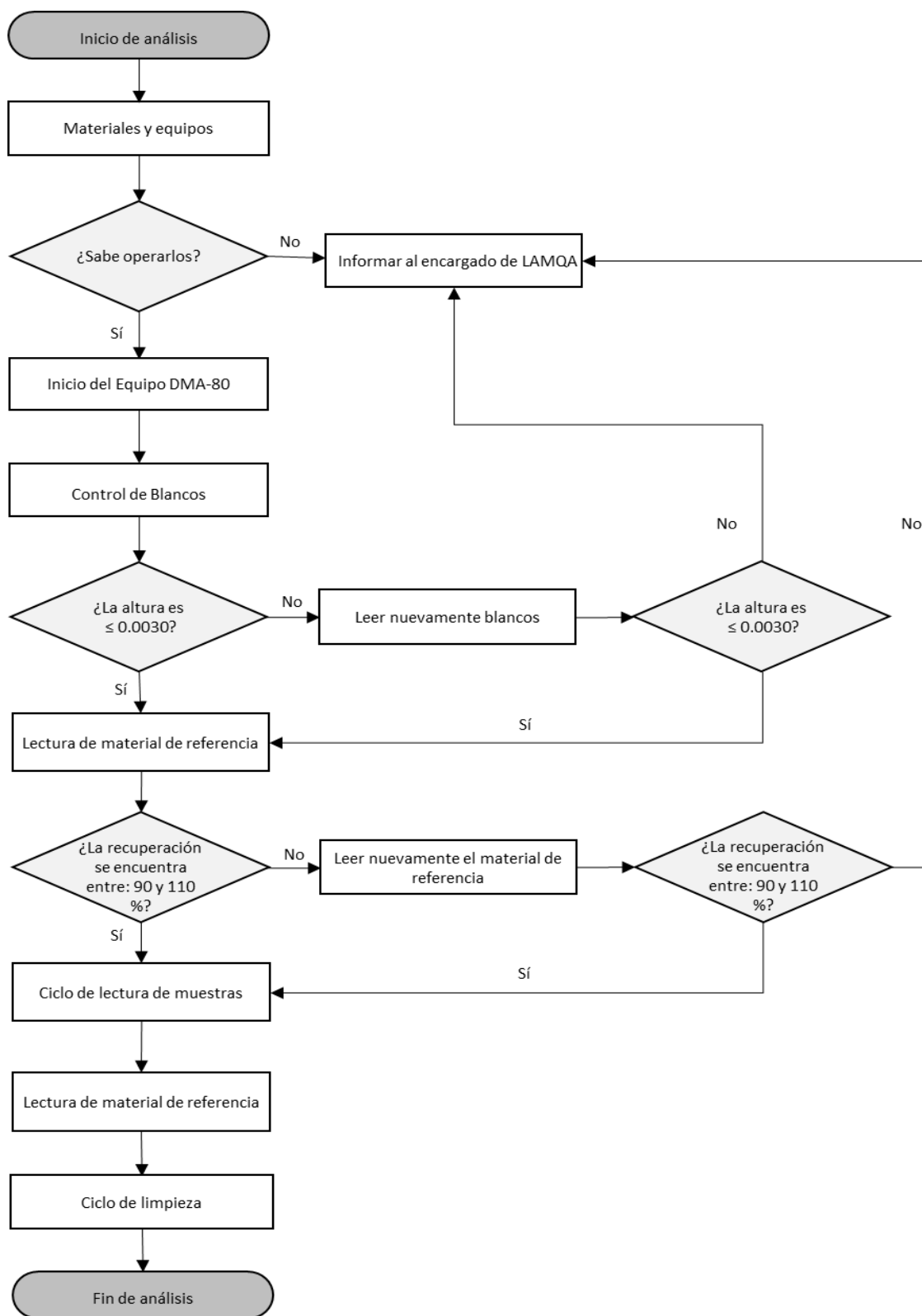


Fig.9 Diagrama de flujo para el uso del equipo DMA-80

5.3.1 Información general del equipo DMA

5.3.1.1 Analizador Directo de Mercurio (DMA-80)

El Laboratorio de Mercurio y Química Ambiental (LAMQA) cuenta con un Analizador Directo de Mercurio de la marca Milestone, que determina mercurio en muestras sólidas, líquidas y gaseosas, donde no es necesario un pretratamiento de la muestra. El análisis es a través del método de descomposición térmica de la muestra, la amalgamación del mercurio y la determinación por la técnica de absorción atómica. En esta guía explicaremos el uso básico del equipo para realizar análisis de mercurio y los controles de calidad.

5.3.1.2 Estructura



1. Sección para muestras
2. Rejilla de aire para enfriar el equipo
3. Bloqueo de cubierta principal
4. Botón de encendido
5. Terminal digital

5.3.1.3 Accesorios



<p>Memoria USB</p>	
<p>Pen</p>	
<p>Plato de muestras</p>	
<p>Baquetas de cuarzo</p>	
<p>Baquetas de níquel</p>	



5.3.2 Mantenimiento externo

El mantenimiento externo consiste en la limpieza de las partes externas mostradas en el punto 5.3.1.2, debe tomar en cuenta lo siguiente:

- La cubierta, el terminal y el plato de muestras, deben ser limpiados con papel toalla que luego debe ser desechado.
- Para la limpieza del plato, levante la cubierta y retire el plato, en ese momento el equipo DMA emitirá un sonido por unos segundos, limpie y regrese el plato a su ubicación (Fig.10).
- El plato de muestra debe ser colocado en la posición correcta, haciendo coincidir el indicador 1 del plato con el 1 del DMA.

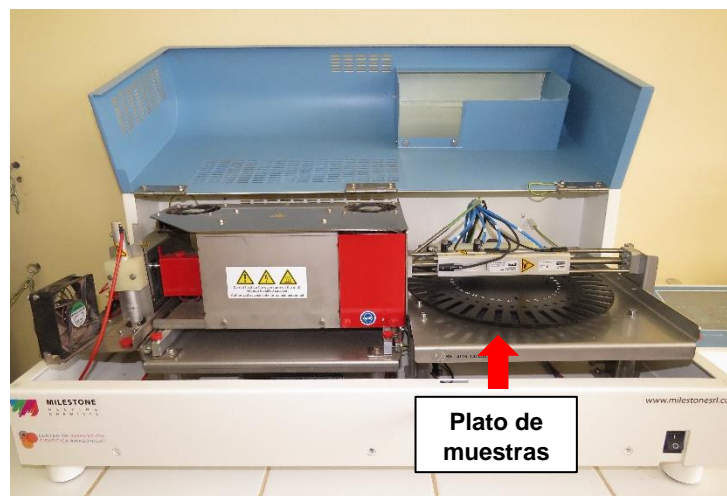
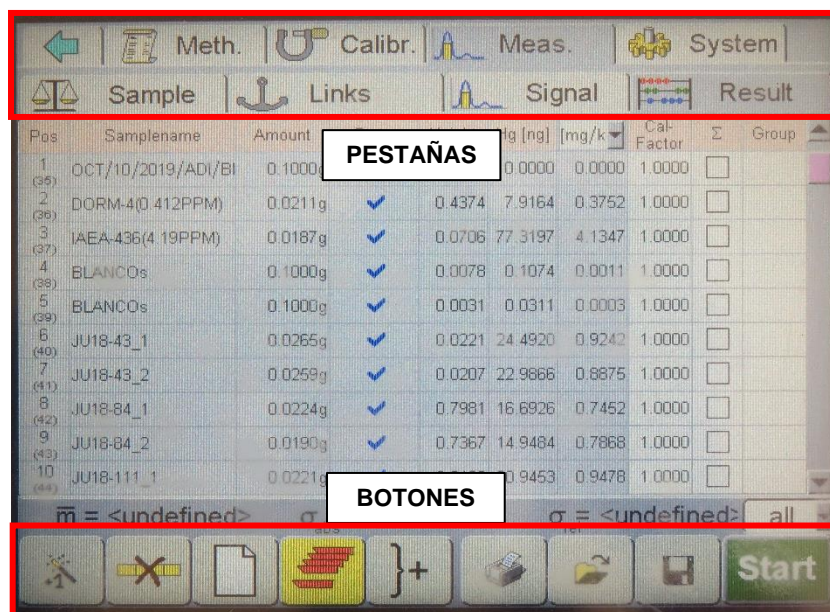


Fig.10 Plato de muestras en el equipo DMA-80


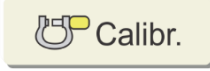
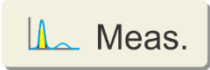
5.3.3 Iniciando el Equipo DMA-80

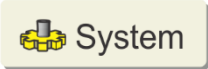
5.3.3.1 Iconografía

Pantalla principal














Pestañas de la pantalla principal

ÍCONO	DESCRIPCIÓN
 Meth	Administra los métodos. Los métodos pueden ser creados, modificados y eliminados, estos especifican las temperaturas, el tiempo de secado, los intervalos de calentamiento, descomposición y tiempo de enjuague del programa de medición.
 Calibr.	Administrar los archivos de calibración. Permite la verificación de los puntos de la curva de calibración.
 Meas.	Aquí se especifica el programa para el análisis de Hg. Este proceso puede ser monitoreado en tiempo real. Los datos previamente medidos se pueden recuperar y visualizar en cualquier momento.

	<p>Aquí se supervisa el sistema (muestreador automático, elementos de calentamiento, espectrómetro).</p> <p>Ojo: este es el primer ítem que se revisa para ver si el equipo ha calentado correctamente</p>
---	--

Botones de la pantalla principal

ICONO	DESCRIPCIÓN
	<p>NUEVA FILA Añadir nueva fila para ingresar datos de las muestras</p>
	<p>ELIMINAR FILA Elimina fila y toda información de la misma</p>
	<p>NUEVO ARCHIVO Permite la creación de un nuevo archivo</p>
	<p>MULTIPLE SELECCIÓN Selecciona si se va a hacer análisis de una muestra o análisis continuo de varias</p>
	<p>AGRUPACIÓN Agrupa las muestras con baja concentración para una sola lectura</p>
	<p>IMPRIMIR Permite imprimir el documento</p>
	<p>ABRIR Permite “abrir” las carpetas principales y buscar un archivo</p>
	<p>ARCHIVO Guarda los resultados</p>
	<p>INICIO Inicia el proceso de análisis.</p>
 	<p>PAUSAR - DETENER Al presionar este botón, se pausa el proceso actual cambiará de color rojo a verde teniendo la opción de detener el proceso definitivamente (presionando la zona roja) o continuar (presionando zona verde).</p>

5.3.3.2 Encendido del equipo

- Verifique que el equipo UPS se encuentre encendido y encienda el DMA con el botón de encendido que se encuentra en la parte frontal del equipo (recuerda Fig.7)
- Luego se encenderá la pantalla de inicio de sesión, elegir **User**, colocar la clave y presionar **OK** (Fig.11).

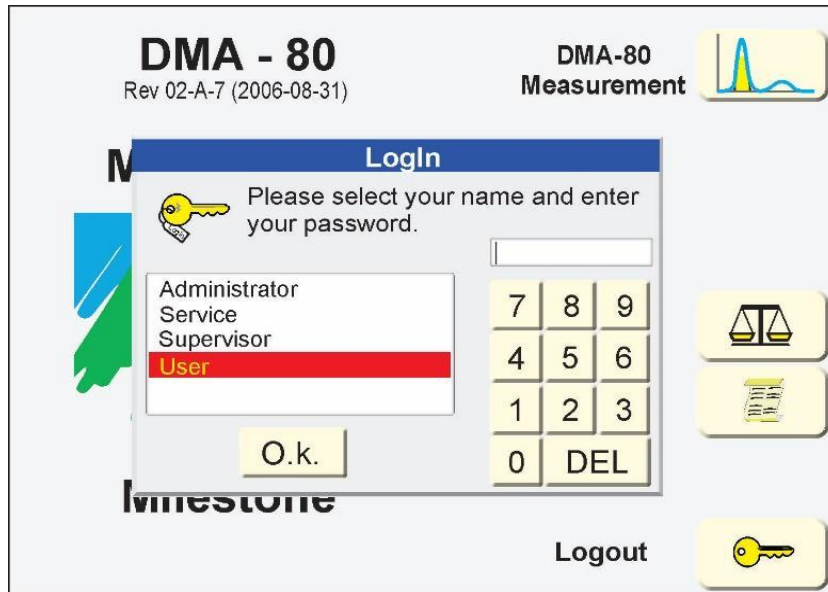


Fig.11 Pantalla de Inicio de sesión

- Luego presionar el botón **DMA-80 Measurement** de la pantalla de inicio. (Fig.12)

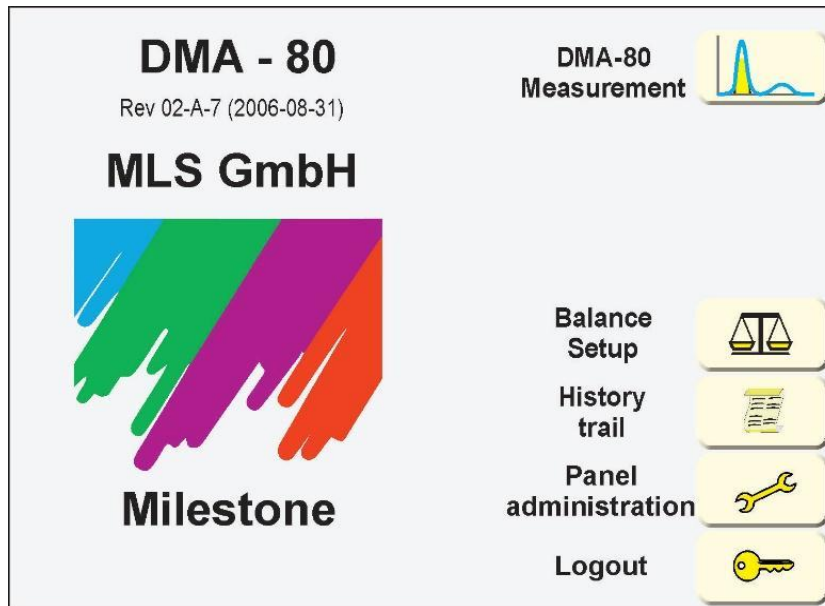


Fig.12 Pantalla de inicio del equipo DMA-80

- Ir a la pestaña **System** para verificar el calentamiento previo del equipo, las dos primeras barras deberán llegar a la temperatura óptima de 125 y 565 °C respectivamente, durante este calentamiento previo aparecerá el **BOTON RELOJ DE ARENA**. Cuando el equipo se encuentre listo para ser utilizado el **BOTON RELOJ DE ARENA** cambiará a **Start** y se mostrará el texto **DMA_NO_ERROR** en el cuadro System status (Fig.13)

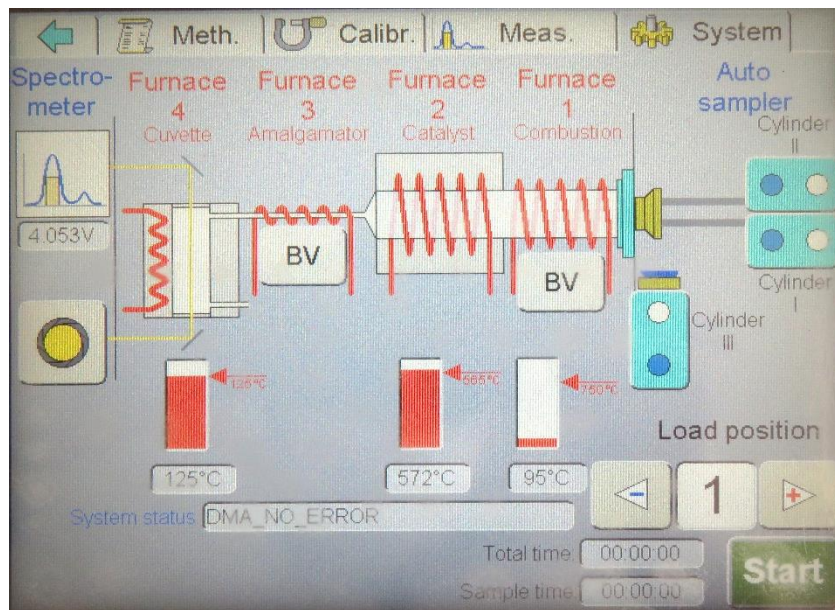


Fig.13 Pantalla de la pestaña System

5.3.4 Análisis de mercurio

5.3.4.1 Pesaje

Durante el proceso de análisis de muestras para lectura de mercurio es necesario realizar el pesaje de lo que será analizado (**material de referencia, muestra y estándar líquido**), siguiendo los pasos:

- Encender la balanza presionando una vez el botón de encendido (Fig.14).

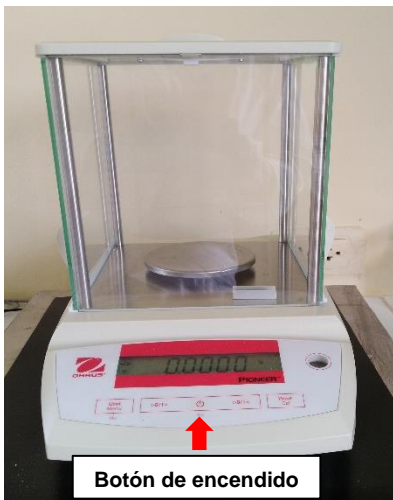


Fig.14 Encendido de balanza

- Colocar el soporte con una pinza en la zona central del platillo de la balanza y sobre éste la baqueta, luego presionar el botón de tarar (Fig.15).

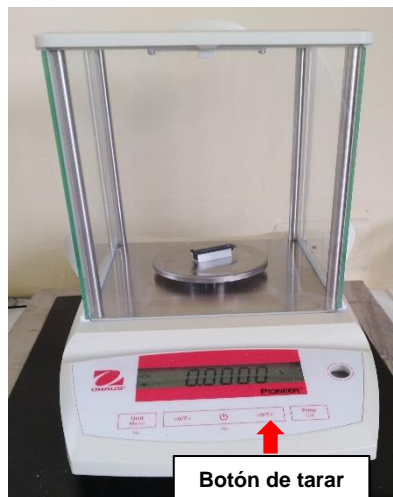


Fig.15 Tarar el soporte y la baqueta

- Retirar la baqueta y cargar con la matriz de interés (Fig.16).



Fig.16 Retirar baqueta

- Con ayuda de las pinzas retornar la baqueta al platillo, cerrar la balanza, esperar hasta que la balanza estabilice el peso (se observará el símbolo *) y presionar el botón con el texto PRINT CAL para ingresar el valor al DMA, asegurándose que la línea de la muestra que está siendo pesada está activada (Fig.17).

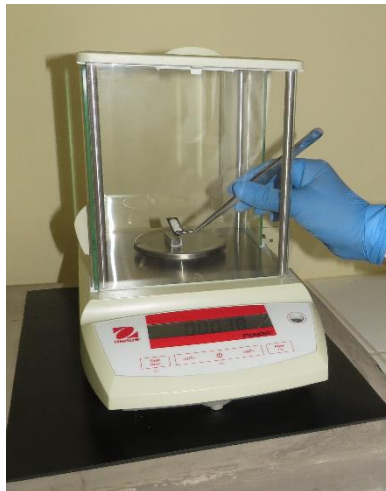


Fig.17 Pesaje de muestra

Consideraciones según el tipo de matriz a pesar:

- **Material de Referencia:** Tomar el material de referencia del desecador, retirar el material de referencia y cerrar inmediatamente, retirar el film protector y con ayuda de la espátula correspondiente (cada espátula se encuentra rotulada) trasladar el contenido necesario a una baqueta de níquel. Posterior al pesaje se protegerá nuevamente con el film y guardar el desecador.

- **Muestra:** Para las muestras bióticas se considerará un peso hasta de 0.0500 gr debido a que contienen mayor cantidad de Hg y para muestras abióticas hasta 0.100gr.
- **Estándar líquido:** Los estándares líquidos serán tomados del freezer, luego retirar el film protector y tomar la cantidad requerida con las micropipetas, puede revisar el **Protocolo de uso de equipos** en caso no conozca el procedimiento de uso.

¡IMPORTANTE!

Elegir el tipo de baqueta según la muestra de interés:

Baquetas de níquel: Muestras sólidas (suelo, pescado, sedimento, cabello, etc).

Baquetas de cuarzo: Muestras líquidas o acidificadas (estándares líquidos).

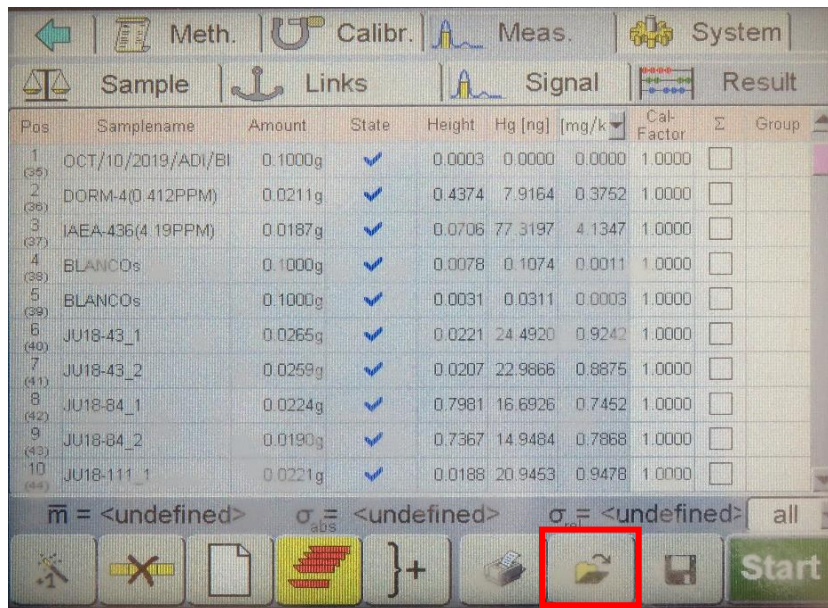



Fig.18 Pantalla de trabajo actual

- En la siguiente ventana buscar la carpeta Blanco, presione  para entrar en la carpeta (Fig. 19).

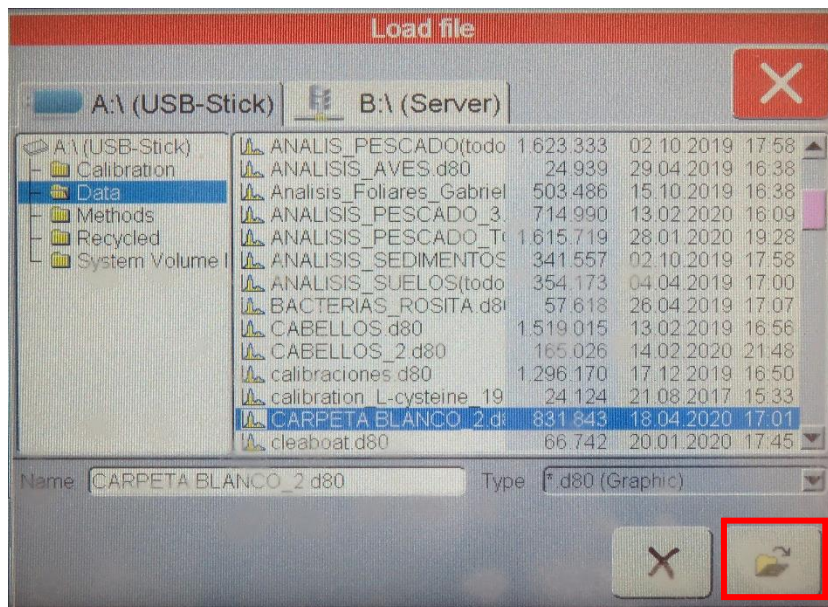

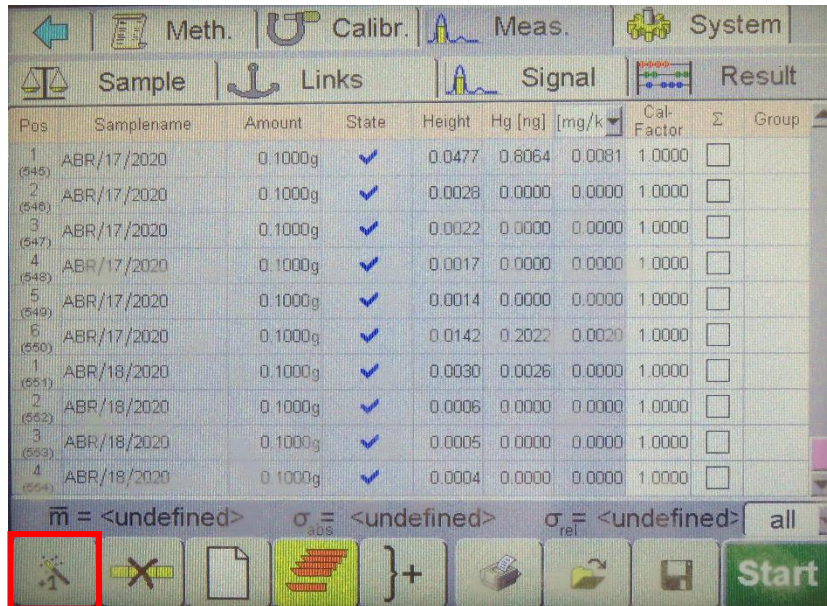


Fig.19 Carpeta para lectura de blancos

- Aparecerá una siguiente pantalla de lectura de blancos donde deberá seleccionar el icono  para añadir una nueva fila (Fig.20).

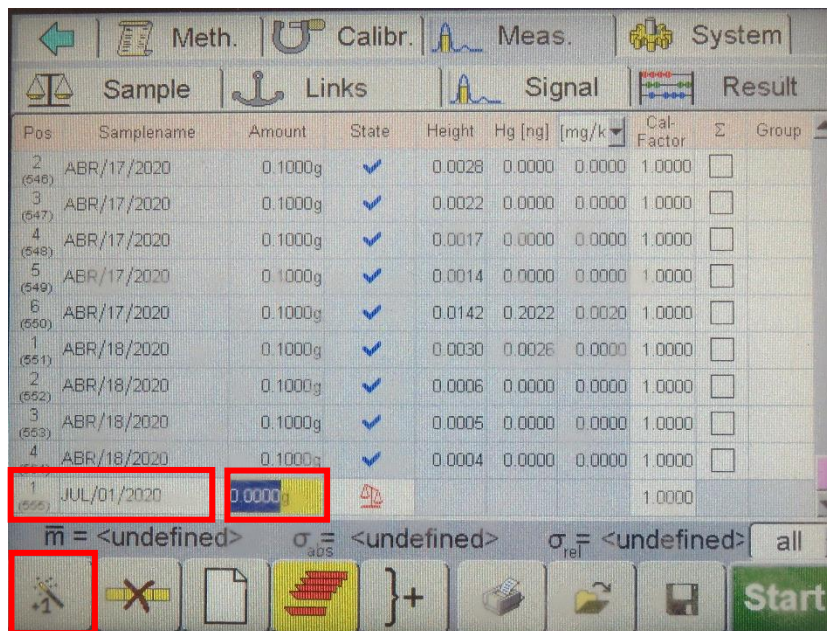


Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
1 (545)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0477	0.8064	0.0081	1.0000		
2 (546)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0028	0.0000	0.0000	1.0000		
3 (547)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0022	0.0000	0.0000	1.0000		
4 (548)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0017	0.0000	0.0000	1.0000		
5 (549)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0014	0.0000	0.0000	1.0000		
6 (550)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0142	0.2022	0.0020	1.0000		
1 (551)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0030	0.0026	0.0000	1.0000		
2 (552)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0006	0.0000	0.0000	1.0000		
3 (553)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0005	0.0000	0.0000	1.0000		
4 (554)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0004	0.0000	0.0000	1.0000		

$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{abs} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all

Fig.20 Pantalla del archivo de lectura de blancos


- En la columna **Samplename** nombrar los blancos de la forma: **Mes/Día/Año** (Ejemplo: **JUL/01/2020**), luego en la columna **Amount** colocar un valor de masa, se recomienda 1 ó 0.100 g (no debe ser cero), luego presionar **Start** (Fig.21).



Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
2 (546)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0028	0.0000	0.0000	1.0000		
3 (547)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0022	0.0000	0.0000	1.0000		
4 (548)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0017	0.0000	0.0000	1.0000		
5 (549)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0014	0.0000	0.0000	1.0000		
6 (550)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0142	0.2022	0.0020	1.0000		
1 (551)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0030	0.0026	0.0000	1.0000		
2 (552)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0006	0.0000	0.0000	1.0000		
3 (553)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0005	0.0000	0.0000	1.0000		
4 (554)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0004	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (555)	JUL/01/2020	0.0000g					1.0000		

$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{abs} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all


Fig.21 Carga de blancos con el forma y peso recomendado

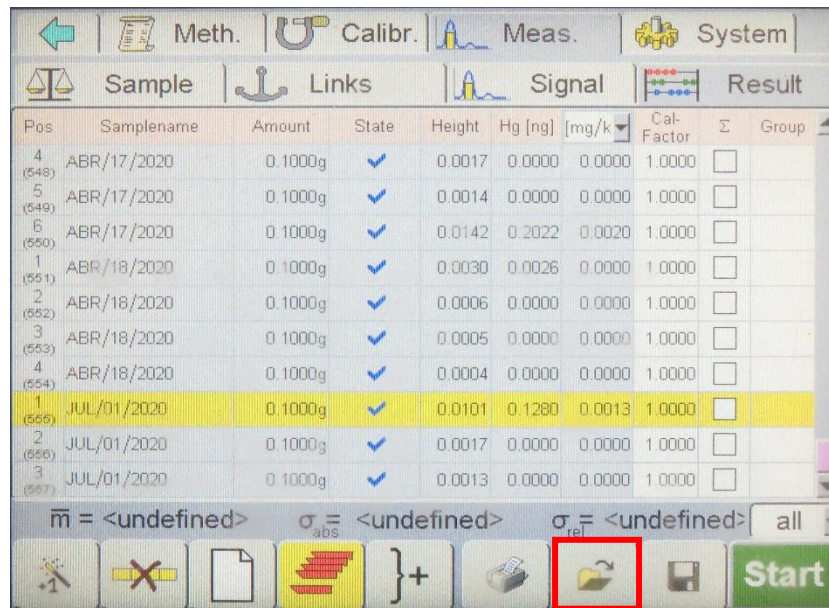
- Al finalizar el análisis, guardar con el icono  (Fig.20).

NOTAS:

- Deben analizarse por lo menos 03 blancos (sin baqueta), luego de la lectura se debe constatar que el valor observado en la columna **Height** (altura) sea ≤ 0.0030 .
- Dependiendo el tipo de muestra a analizar (suelos, agua, pescados, hojas, etc) y los valores de concentración esperados sean bajos, es recomendable que el valor de la lectura del blanco sea menor a 0.0030, siendo deseable que el valor se encuentre en el cuarto decimal. Para lograrlo deberá seguir realizando lectura de blancos hasta llegar al valor indicado.

Paso 2: Abrir carpeta de lectura de muestras

- Al finalizar la lectura de blancos, presionar el botón  , ubicado en la zona inferior derecha de la pantalla de trabajo actual, se abrirá una nueva ventana, buscar la carpeta destinada para lectura de análisis que es nombrada de la siguiente manera: **ANALISIS_MATRIZ_#** (la matriz es el tipo de muestra leída Ej. pescado, sedimento, suelo, etc), seleccionarla y nuevamente presionar (Fig.22 y 23)



Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
4 (548)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0017	0.0000	0.0000	1.0000		
5 (549)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0014	0.0000	0.0000	1.0000		
6 (550)	ABR/17/2020	0.1000g	✓	0.0142	0.2022	0.0020	1.0000		
1 (551)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0030	0.0026	0.0000	1.0000		
2 (552)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0006	0.0000	0.0000	1.0000		
3 (553)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0005	0.0000	0.0000	1.0000		
4 (554)	ABR/18/2020	0.1000g	✓	0.0004	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (555)	JUL/01/2020	0.1000g	✓	0.0101	0.1280	0.0013	1.0000		
2 (556)	JUL/01/2020	0.1000g	✓	0.0017	0.0000	0.0000	1.0000		
3 (557)	JUL/01/2020	0.1000g	✓	0.0013	0.0000	0.0000	1.0000		

$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{abs} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all

Fig.22 Botón abrir del archivo de lectura de blancos

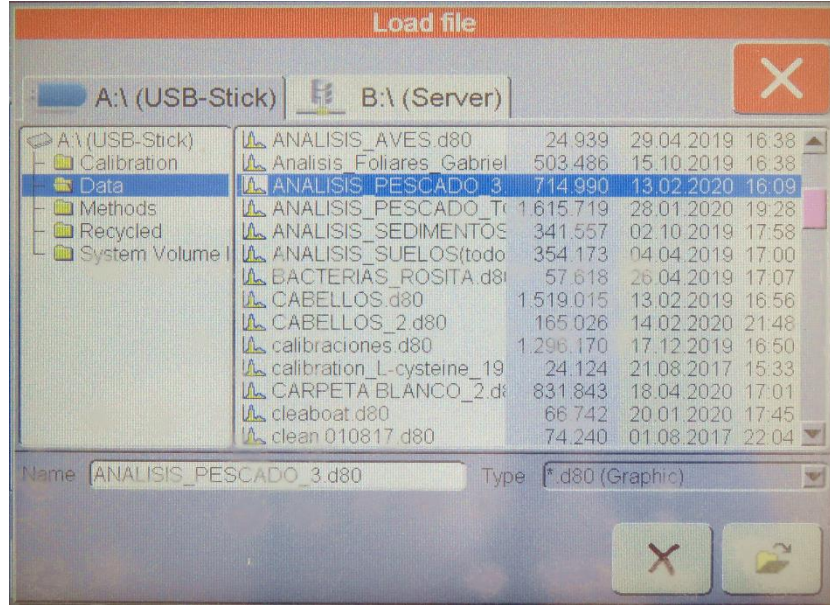



Fig.23 Carpeta para el análisis de muestras


- Una vez ubicados en la carpeta de análisis y previo a la lectura de material de referencia se deberá iniciar el proceso colocando un Blanco. Para ello presionar  para agregar una nueva fila que contendrá en la columna **Samplename** el nombre del blanco de la forma: **MES/AÑO/LUGAR/BLANCOS** (Ej.OCT/10/2019/ADI/BLANCOS) y finalmente en **Amount** colocar un valor diferente a cero, se recomienda **0.100 g**. (Fig.24).
Esta lectura sirve para saber dónde se inicia un nuevo día de lectura en una misma carpeta y tener en la carpeta de análisis un registro de la lectura de los blancos.

Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
1 (35)	OCT/10/2019/ADI/B	0.1000g	✓	0.0003	0.0000	0.0000	1.0000		
2 (36)	DORM-4(0.412PPM)	0.0211g	✓	0.4374	7.9164	0.3752	1.0000		
3 (37)	IAEA-436(4.19PPM)	0.0187g	✓	0.0706	77.3197	4.1347	1.0000		
4 (38)	BLANCOS	0.1000g	✓	0.0078	0.1074	0.0011	1.0000		
5 (39)	BLANCOS	0.1000g	✓	0.0031	0.0311	0.0003	1.0000		
6 (40)	JU18-43_1	0.0265g	✓	0.0221	24.4920	0.9242	1.0000		
7 (41)	JU18-43_2	0.0259g	✓	0.0207	22.9866	0.8875	1.0000		
8 (42)	JU18-84_1	0.0224g	✓	0.7981	16.6926	0.7452	1.0000		
9 (43)	JU18-84_2	0.0190g	✓	0.7367	14.9484	0.7868	1.0000		
10 (44)	JU18-111_1	0.0221g	✓	0.0188	20.9453	0.9478	1.0000		

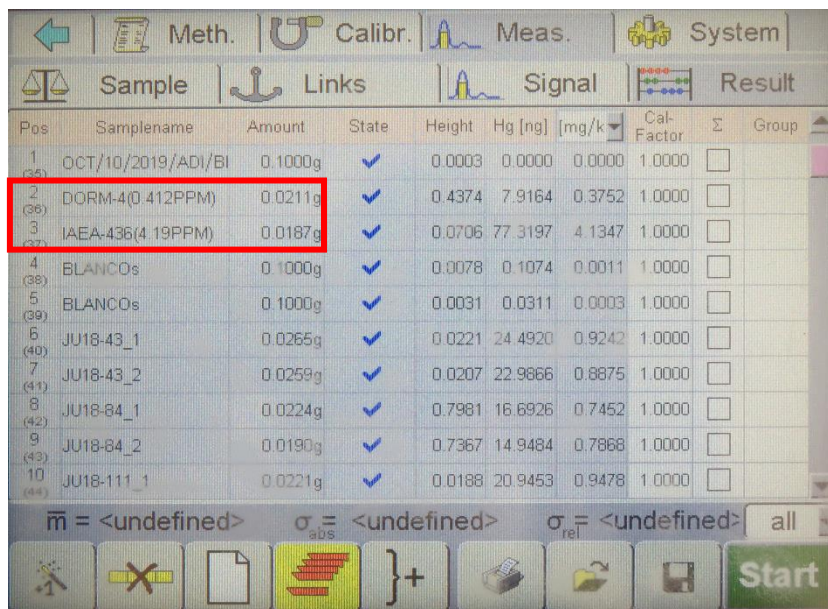
$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{abs} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all

Fig. 24 Carga de blanco para identificar el inicio del análisis

Paso 3: Lectura de Material de referencia

- Añadir una nueva línea con , colocar la posición de análisis en columna **Pos**, continuar con **2** y en **Samplename** escribir el nombre del material de referencia y su concentración entre paréntesis.

Ej. Si usara el material de referencia **DORM-4** con una concentración conocida de **0.412 ppm**, el nombre de la lectura será: **DORM-4(0.412PPB)**. (Fig.25).




Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
1 (35)	OCT/10/2019/ADI/BI	0.1000g	✓	0.0003	0.0000	0.0000	1.0000		
2 (36)	DORM-4(0.412PPM)	0.0211g	✓	0.4374	7.9164	0.3752	1.0000		
3 (37)	IAEA-436(4.19PPM)	0.0187g	✓	0.0706	77.3197	4.1347	1.0000		
4 (38)	BLANCOS	0.1000g	✓	0.0078	0.1074	0.0011	1.0000		
5 (39)	BLANCOS	0.1000g	✓	0.0031	0.0311	0.0003	1.0000		
6 (40)	JU18-43_1	0.0265g	✓	0.0221	24.4920	0.9242	1.0000		
7 (41)	JU18-43_2	0.0259g	✓	0.0207	22.9666	0.8875	1.0000		
8 (42)	JU18-84_1	0.0224g	✓	0.7981	16.6926	0.7452	1.0000		
9 (43)	JU18-84_2	0.0190g	✓	0.7367	14.9484	0.7868	1.0000		
10 (44)	JU18-111_1	0.0221g	✓	0.0188	20.9453	0.9478	1.0000		

\bar{m} = <undefined> σ_{abs} = <undefined> σ_{rel} = <undefined> all

Fig.25 Carga de Material de Referencia

- Para colocar la masa a ser analizada, pesar el material de referencia y presionar el botón **PRINT CAL** de la balanza para copiar el peso al DMA. Punto 5.3.4.1 Pesaje).

NOTA: Cuando es leído más de un material de referencia, el orden debe ser ascendente con relación a la concentración, es decir, debe ser leído primero el material con menor concentración y por último el de mayor concentración.

- Posteriormente deberán agregarse dos lecturas de blanco al finalizar la lectura de material de referencia, siguiendo las siguientes instrucciones: Presionar nuevamente el icono , en la fila de **Pos**, colocar el número de la posición de lectura, en la columna de **Samplename** escribir **BLANCOS** y en **Amount** colocar un valor diferente a cero (0.100g) repetir el mismo paso 2 veces o hasta observar que la altura sea menor a 0.0030 (Fig.26).

Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal Factor	Σ	Group
1 (35)	OCT/10/2019/ADI/BI	0.1000g	✓	0.0003	0.0000	0.0000	1.0000		
2 (36)	DORM-4(0.412PPM)	0.0211g	✓	0.4374	7.9164	0.3752	1.0000		
3 (37)	IAEA-436(4.19PPM)	0.0187g	✓	0.0706	77.3197	4.1347	1.0000		
4 (38)	BLANCOs	0.1000g	✓	0.0078	0.1074	0.0011	1.0000		
5 (39)	BLANCOs	0.1000g	✓	0.0031	0.0311	0.0003	1.0000		
6 (40)	JU18-43_1	0.0265g	✓	0.0221	24.4920	0.9242	1.0000		
7 (41)	JU18-43_2	0.0259g	✓	0.0207	22.9866	0.8875	1.0000		
8 (42)	JU18-84_1	0.0224g	✓	0.7981	16.6926	0.7452	1.0000		
9 (43)	JU18-84_2	0.0190g	✓	0.7367	14.9484	0.7868	1.0000		
10 (44)	JU18-111_1	0.0221g	✓	0.0188	20.9453	0.9478	1.0000		

$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{abs} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all


Fig.26 Carga de blanco luego de lectura de Material de Referencia

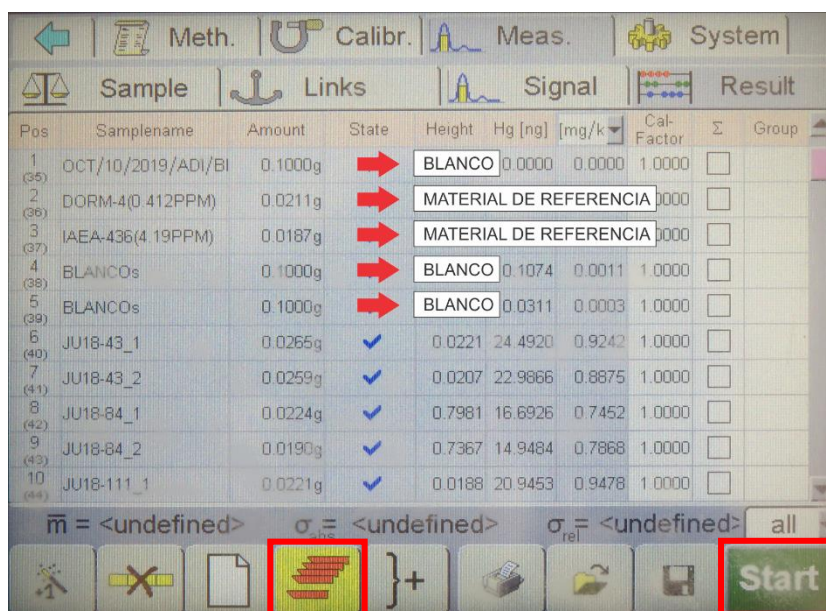
- Ir a **Links** y verificar en la columna **Cal file** que el método de lectura y curva de calibración sean los deseados (Fig.27) .

Pos	Samplename	State	Cal file	Method
1 (545)	ABR/17/2020	✓	DIC_16_2019_c80 17.12.19 16:18	Standard.m80 31.05.19 16:27
2 (548)	ABR/17/2020	✓	DIC_16_2019_c80 17.12.19 16:18	Standard.m80 31.05.19 16:27
3 (547)	ABR/17/2020	✓	DIC_16_2019_c80 17.12.19 16:18	Standard.m80 31.05.19 16:27
4 (548)	ABR/17/2020	✓	DIC_16_2019_c80 17.12.19 16:18	Standard.m80 31.05.19 16:27
5 (549)	ABR/17/2020	✓	DIC_16_2019_c80 17.12.19 16:18	Standard.m80 31.05.19 16:27
6 (550)	ABR/17/2020	✓	5_jun_2020cal.c80	Standard.m80 31.05.19 16:27
1 (551)	ABR/18/2020	✓	AGO_23_2019_c80	Standard.m80 31.05.19 16:27
2 (552)	ABR/18/2020	✓	DIC_16_2019_c80	Standard.m80 31.05.19 16:27
3 (553)	ABR/18/2020	✓	JUL_05_2020_c80	Standard.m80 31.05.19 16:27
4 (554)	ABR/18/2020	✓	JUL_22_2019_c80	Standard.m80 31.05.19 16:27
1 (555)	STD_0(L-Cisteina+H2O)	✓ C	JUL_05_2020_c80	Standard.m80

Fig.27 Secuencia de selección de la curva de calibración

- Regrese a la pantalla anterior presionando la pestaña **Meas.** y asegúrese tener el esquema mostrado en la Fig.28
Para iniciar la lectura, debe colocarse el cursor en la primera fila introducida, según el ejemplo

NOV/29/2019BLANCOS, seleccionar el modo continuo de lectura  y presione **Start** para iniciar el análisis (Fig.28).



Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
1 (35)	OCT/10/2019/ADI/EI	0.1000g	→	BLANCO	0.0000	0.0000	1.0000		
2 (36)	DORM-4(0.412PPM)	0.0211g	→	MATERIAL DE REFERENCIA					
3 (37)	IAEA-436(4.19PPM)	0.0187g	→	MATERIAL DE REFERENCIA					
4 (38)	BLANCOS	0.1000g	→	BLANCO	0.1074	0.0011	1.0000		
5 (39)	BLANCOS	0.1000g	→	BLANCO	0.0311	0.0003	1.0000		
6 (40)	JU18-43_1	0.0265g	✓		0.0221	24.4920	0.9242	1.0000	
7 (41)	JU18-43_2	0.0259g	✓		0.0207	22.9866	0.8875	1.0000	
8 (42)	JU18-84_1	0.0224g	✓		0.7981	16.6926	0.7452	1.0000	
9 (43)	JU18-84_2	0.0190g	✓		0.7367	14.9484	0.7868	1.0000	
10 (44)	JU18-111_1	0.0221g	✓		0.0188	20.9453	0.9478	1.0000	

$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{vc} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all

Fig.28 Esquema final para la Lectura de Material de Referencia

Paso 4: Evaluación de la lectura de material de referencia (exactitud)

Al finalizar el análisis, debe evaluarse la exactitud a través de la recuperación del material de referencia usando la fórmula:

$$\%Recuperación = \frac{\text{Valor Observado}}{\text{Valor esperado}} \times 100\%$$

El resultado debe estar entre 90 a 110% para ser aceptable y proseguir con el análisis de muestras.

¡IMPORTANTE!

Si la recuperación no está dentro del rango establecido, debe repetir y si continua fuera del rango, debe informar al encargado y discutir siguientes pasos.

Paso 5: Ciclo de lectura de Muestras

La secuencia para la lectura de muestras consiste:

1. Lectura de muestras.
2. Lectura de estándar líquido como parte del control de calidad.

3. Lectura de blancos para descartar contaminación del equipo.

Lectura de muestras

En esta etapa se procede a cargar las muestras para el análisis de mercurio, solo si los controles de calidad tienen porcentajes aceptables.

Para el análisis de muestras deberá seguir los siguientes pasos:

- Continuar en la misma pantalla de trabajo, cargar las muestras en las baquetas, las cuales deben ser leídas 02 veces por lo menos. En caso de muestras heterogéneas, la lectura será realizada por triplicado.

NOTA: Efectuar la prueba de homogeneidad al realizarse por primera vez el análisis de un tipo de matriz.

- Seguir el mismo procedimiento usado para colocación del material de referencia. Adicionar una línea nueva, digitar el nombre de la muestra, al final del nombre debe agregarse (_#), el # será el número de veces que la muestra es analizada. Por ejemplo, la muestra tiene el código **JU18-43** entonces se les asignará los siguientes nombres en el equipo **JU18-43_1** a la primera lectura y **JU18-43_2** a la segunda lectura, finalmente colocar el peso de cada uno en la columna **Amount** (Fig.29). Haciendo uso del comando de **Cal Print** que aparece en la balanza (ver Pesaje en punto 5.3.4.1).

Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
1 (35)	OCT/10/2019/ADI/BI	0.1000g	→	BLANCO	0000	0.0000	1.0000		
2 (36)	DORM-4(0.412PPM)	0.0211g	→	MATERIAL DE REFERENCIA	0000		1.0000		
3 (37)	IAEA-436(4.19PPM)	0.0187g	→	MATERIAL DE REFERENCIA	0000		1.0000		
4 (38)	BLANCOs	0.1000g	→	BLANCO	1074	0.0011	1.0000		
5 (39)	BLANCOs	0.1000g	→	BLANCO	0311	0.0003	1.0000		
6 (40)	JU18-43_1	0.0265g	→	MUESTRA	4920	0.9242	1.0000		
7 (41)	JU18-43_2	0.0259g	→	MUESTRA	9666	0.8875	1.0000		
8 (42)	JU18-84_1	0.0224g	→	MUESTRA	6926	0.7452	1.0000		
9 (43)	JU18-84_2	0.0190g	→	MUESTRA	9484	0.7868	1.0000		
10 (44)	JU18-111_1	0.0221g	→	MUESTRA	9453	0.9478	1.0000		


$\bar{m} = <undefined>$ $\sigma_{obs} = <undefined>$ $\sigma_{rel} = <undefined>$ all

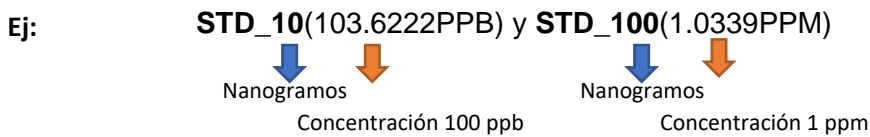
Fig.29 Esquema final para la Lectura de Muestras

Lectura de estándar

La lectura de estándar líquido forma parte del control de calidad, este proceso es realizado después de 10 lecturas, es decir cada 05 muestras con su réplica.

Para la lectura del estándar líquido deberá seguir los siguientes pasos:

- Luego de la lectura de las primeras 05 muestras debe realizar una **primera etapa de lectura de estándar** que consiste en 02 lecturas de estándar líquido, donde el primero es de 10 ng de Hg (0.1 mL de estándar de 100ppb) (Fig.30) y el segundo dependerá del rango observado de las muestras analizadas, debe seguir el mismo procedimiento descrito anteriormente, agregando nuevas líneas con , y nombrarlos de la forma:



Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/k]	Cal-Factor	Σ	Group
10 (44)	JU18-111_1	0.0221g	→	MUESTRA	9453	0.9478	1.0000		
11 (45)	JU18-111_2	0.0258g	→	MUESTRA	9866	0.8910	1.0000		
12 (46)	JU18-114_1	0.0245g	→	MUESTRA	5567	0.9207	1.0000		
13 (47)	JU18-114_2	0.0213g	→	MUESTRA	1661	0.8529	1.0000		
14 (48)	JU18-187_1	0.0289g	→	MUESTRA	7883	0.0619	1.0000		
15 (49)	JU18-187_2	0.0226g	→	MUESTRA	3198	0.0584	1.0000		
16 (50)	STD_10(101.8073PPE)	0.0998g	→	ESTANDAR LIQUIDO	779		1.0000		
17 (51)	STD_100(1.0217PPM)	0.1007g	→	ESTANDAR LIQUIDO	770		1.0000		
- (52)	auto BV (1)	0.0000g	✓ B		0.0188	0.2872	1.0000		
- (53)	auto BV (2)	0.0000g	✓ B		0.0082	0.1139	1.0000		

Fig. 30 Esquema final para la Lectura de estándar líquido

- Al final de la **primera etapa** de lectura de estándar líquido, debe evaluarse la precisión a través de la recuperación del estándar líquido usando la fórmula:

$$\%Recuperación = \frac{\text{Valor Observado}}{\text{Valor esperado}} \times 100\%$$

El resultado debe estar entre **90 a 110%** para ser aceptable y proseguir con el análisis de muestras.

NOTA: *Los estándares líquidos deben tener concentraciones conocidas, la concentración del primero será de 10 ng de Hg (Prueba de precisión) y la concentración del segundo estándar líquido es variable, será un valor similar al que las muestras analizadas han presentado (Prueba de la faja de trabajo).*

- Luego de verificar que el porcentaje de recuperación de la primera etapa de lectura estándar líquido se encuentre en el rango establecido puede realizar la carga de todas las muestras que tiene pendientes para el día que tendrán una **segunda, tercera o n etapa** de lectura de estándar líquido, sin embargo, la verificación de la recuperación solo se realizará para la primera etapa.

¡IMPORTANTE!

Si la recuperación no se encuentra en el rango establecido, debe repetir la lectura de estándar líquido, si a pesar de ellos sigue fuera del rango, informar al encargado de LAMQA para realizar nuevas diluciones siguiendo el protocolo de calibración del equipo DMA-80.

Lectura de blanco

- Luego de la lectura de los estándares líquidos, leer 02 blancos antes de comenzar nuevamente la lectura de muestras y repetir el ciclo mencionado.

NOTA:

Un **Ciclo de Lectura** de muestras comprende:

- 10 lecturas de muestras
- 2 lecturas de estándar líquido
- 2 lecturas de blanco


Este ciclo puede ser repetido las veces necesarias durante el día

Paso 6: Lectura de material de Referencia para cerrar análisis

- Finalmente leer el material de referencia (Paso 2), éste es el último control y garantizará la exactitud al final del ciclo de análisis. Es leído al finalizar el último ciclo de lectura de muestras.

Paso7: Ciclo de Limpieza

- Para finalizar el proceso de análisis diario, deberá realizar un ciclo de limpieza que consistirá en leer ácido nítrico (HN03) al 10% y finalmente realizar la lectura de 02 blancos sin baqueta.

- Al finalizar todo el análisis, guardar los resultados con el botón  , posteriormente el encargado del laboratorio actualizará la información al sistema en línea en la nube (Google Drive).

5.3.4.3 Limpieza de baquetas

Al finalizar los análisis realizar la limpieza de baquetas siguiendo los siguientes pasos:

- a) Retirar las baquetas, llevarlas al lavadero en el ambiente principal, limpiarlas con agua y un cepillo. (Fig.31)



Fig.31 Retiro de baquetas del plato de muestras

- b) Colocarlas en dos vasos de precipitación llenos con agua, utilizando uno para baquetas de níquel y otro para baquetas de cuarzo. No mezclar los 2 tipos de baquetas en un mismo vaso de precipitado. (Fig.32)



Fig.32 Vaso de precipitación con baquetas en ultrasonido

- c) Conectar el ultrasonido al tomacorriente, encenderlo con el botón que se encuentra en la parte posterior y programarlo por un tiempo de 11 minutos. (Fig.33)



Fig.33 Encendido de ultrasonido

- d) Al finalizar los 11 minutos, desechar el agua de los vasos precipitados y colocar las baquetas en un papel toalla para su secado. (Fig.34)



Fig.34 Secado de baquetas

- e) Colocar las baquetas secas en papel aluminio antes e ingresarlas a la mufla (Fig.35).



Fig.35 Baquetas limpias colocadas en papel aluminio

- f) Conectar la mufla al tomacorriente y encenderla, esta debe estar programa a 400 °C, una vez alcanza esta temperatura esperar entre 15 a 20 minutos para el proceso de limpieza (Fig.36).

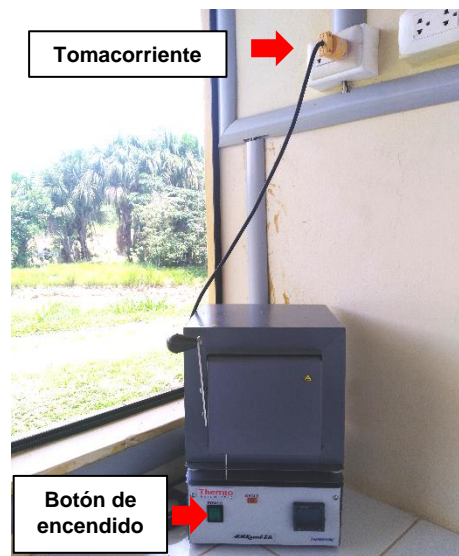


Fig.36 Encendido de la mufla

- g) Apagar la mufla, desconectarla del tomacorriente y abrir la puerta de ingreso para enfriar las baquetas antes de retirarlas (Fig.37).



Fig.37 Baquetas limpias, enfriando en la mufla

6. Control de calidad/Garantía de calidad

Estos procedimientos realizados para garantizar la calidad y confiabilidad de los datos producidos. Se realizan 3 tipos de controles durante los análisis:

Lectura de blancos:

Se analizarán blancos para verificar que el sistema no tenga ninguna contaminación que pueda interferir con los análisis.

Blanco: Esta es una lectura sin muestra y sin el analito de interés.

Lectura de material de referencia:

Utilizaremos material de referencia como control que permitirá medir la exactitud del método de análisis y será utilizado al inicio y al final del proceso.

Material de Referencia: Sustancia suficientemente homogénea y estable con respecto a una o más de sus propiedades específicas siendo adecuadas para el uso en procesos de medición (ISO, 2017) El tipo de material de referencia dependerá del tipo de matriz que desee analizar, recomendamos la lectura del protocolo de procesamiento y análisis de la matriz de interés

NOTAS:

- *Los materiales de referencia seleccionados deberán presentar diferentes rangos de concentración, para poder evaluar los diferentes rangos de la curva idealmente deberán ser leídos por lo menos 2 materiales de referencia con el objetivo de evaluar las 2 células cuyos rangos son: **Celula1:** <20ng de Hg, y la **Celula 2:** >20 ng de Hg.*
- ***La exactitud** corresponde a la proximidad entre el resultado de una medición (valor verdadero) y el valor verdadero del analito (valor esperado). La exactitud de un método es una expresión de cuan cerca está la media de un conjunto de resultados del valor verdadero (ISO, 2017; Mayta & Supo, 2017).*

Lectura de estándar líquido de mercurio:

Utilizaremos estándar líquido de mercurio como control para medir la exactitud y precisión del método de análisis.

Estándar líquido: Es una solución previamente preparadas a partir de una solución matriz de 1000 ppm (Mayta & Supo, 2017).

Para los análisis en el equipo DMA-80 se realizará la lectura de dos estándares, el primero de 10 ng y el segundo dependerá del rango observado de las muestras analizadas. Los estándares serán leídos cada 10 lecturas que corresponde a 5 muestras con duplicados cada una. En caso no contar con soluciones de estándar líquidos, revise el **Protocolo de calibración del equipo DMA-80** para realizar las diluciones.

NOTAS:

- ***La precisión** mide cuán cerca están los resultados unos de otros por mediciones replicadas en condiciones específicas y generalmente se expresa por medidas como la desviación estándar. (ISO 35, 2017).*
- *Al finalizar los controles de precisión y exactitud deberá evaluar el porcentaje de recuperación.*

Bibliografía

- ISO. (2017). *GUIDE 35: Reference materials—Guidance for characterisation and assessment of homogeneity and stability*. International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.
- Mayta, A., & Supo, K. L. (2017). *Optimización del tiempo de digestión de soluciones cianuradas para determinar elementos pesados por el método de arrastre de vapor frío*. Universidad Nacional de San Agustín.