

1. OBJETIVO

Definir los pasos a seguir en la operación, manejo y actividades para ejecutar el mantenimiento de rutina y corrección de fallas menores, considerando los componentes, la funcionalidad y especificaciones técnicas del espectrofotómetro de absorción atómica PERKIN ELMER PINAACLE 900T.

2. ALCANCE

El presente instructivo hace parte del procedimiento "Análisis de muestras en el Laboratorio Nacional de Suelos", aplica al proceso de Gestión de Información Geográfica, a los servidores públicos y contratistas del subproceso Gestión Agrológica - Laboratorio Nacional de Suelos – LNS del Instituto Geográfico Agustín Codazzi. Inicia con el encendido y ajuste del espectrofotómetro de absorción atómica PERKIN ELMER PINAACLE 900T y el apagado del equipo.

Aplica para la determinación cuantitativa de elementos en técnica de llama como Calcio, Magnesio, Sodio, Potasio, Manganeso, Zinc, Hierro, Cobre, Silicio y Aluminio y para lecturas de elementos en la técnica de horno de grafito como Cromo, Cadmio y Plomo.

3. DESARROLLO

3.1. POLÍTICAS DE OPERACIÓN

- La operación y manejo del equipo la debe realizar una persona competente.
- Antes de iniciar la operación del equipo verificar que se encuentre en uso.
- Para el manejo del equipo se debe contar con los elementos de protección personal – EPP adecuados.

3.2. CARACTERÍSTICAS

3.2.1. GENERALES

El espectrofotómetro es un equipo que emplea dos técnicas de atomización, la técnica de llama en Absorción/Emisión Atómica, consistente en la medición de las especies atómicas generadas luego de la nebulización de la muestra con una llama con alta intensidad calórica y producida por la mezcla aire-acetileno o aire-acetileno-óxido nítrico y la técnica de horno de grafito que utiliza un sistema atomizador electrotérmico que puede producir temperaturas hasta 3.000°C, que proporciona la energía térmica para romper los enlaces químicos dentro de la muestra contenida en un tubo de grafito, y produce átomos libres en el estado fundamental para medir elementos en concentraciones de partes por billón con volúmenes de muestra bajos.

Este equipo está provisto de dos automuestreadores para técnica de llama S10 y para la técnica de horno de grafito AS900, que automatiza la introducción de muestras, calibración de estándares y el análisis de muestras, extendiendo las capacidades del espectrómetro a las de una estación de trabajo analítico; un sistema de enfriamiento para el horno de grafito que proporciona un enfriamiento constante, mejora la precisión analítica y prolonga la vida útil del tubo de grafito; un regulador de corriente UPS ultimate series II; un computador provisto con el software Winlab 32 para A.A para control de funciones de las técnicas de llama y de horno de grafito y una impresora.

Permite detectar y determinar cuantitativamente la mayoría de los elementos químicos gracias a la medición de la absorción de energía a una longitud de onda particular. En el LNS el equipo se emplea en el análisis de aguas, suelos y tejido vegetal.

3.2.2. IDENTIFICACIÓN

Tabla 1. Identificación del equipo

Nombre:	Espectrofotómetro de absorción atómica
Marca:	PinAAcle
Modelo:	900T
Fabricante:	Perkin Elmer
Part No:	N3160082
Serial No:	PTCS13090305
Placa:	42160
Código interno:	Q143

3.2.3. CARACTERÍSTICAS METROLÓGICAS

Tabla 2. Límites de detección.

Elemento	Técnica de llama (ppm)	Técnica de horno (ppm)
Al	45,0	0,1
Ca	1,50	0,01
Cd	0,80	0,002
Cr	3,0	0,004
Cu	1,50	0,014
Fe	5,0	0,06
K	3,0	0,005
Mg	0,15	0,004
Mn	1,50	0,005
Na	0,30	0,005
Pb	15,0	0,05
Si	90,0	1,00
Zn	1,50	0,02

Nivel de Confiabilidad (3 Desviaciones estándar) = 98%

Tabla 3. Condiciones de sensibilidad y repetitividad

Sensibilidad y repetibilidad	Especificación
Promedio absorbancia 5ppm Cu (SS Neb)	$\geq 0,250$ ABS
% RSD con 10s de integración (SS Neb)	$\leq 0,30\%$
Promedio absorbancia 2ppm Cu (H sens Neb)	$\geq 0,250$ ABS

% RSD con 10s de integración (H sens Neb)	≤ 0,40%
Masa característica y relación Zeeman	Especificación
Masa Característica	14 +/- 2,5 pg
Relación Zeeman	0,58 +/- 0.04

3.2.4. CONDICIONES DE USO

Tabla 4. Condiciones Técnicas

Espectrofotómetro de absorción atómica PinAAcle 900T Perkin Elmer	
Temperatura de operación	Temperatura ambiente 10°C a 35°C, con un máximo cambio. No exceder 2.8°C por hora. Rango de temperatura segura: 5 °C a 40 °C
Humedad relativa	20 a 80%, sin condensación.
Localización	La localización debe estar libre de polvos, humo y humos corrosivos.
Consumo de energía	- 10100 VA PinAAcle 900T - 140 VA para el sistema de enfriamiento.
Especificación de potencia	230 VCA ± 10%, 50 o 60 Hz ± 0,3 Hz, corriente alterna monofásica. Rango de operación: 207 - 253 VCA / 60 Hz, 30 A (conexión a tierra de 2 polo 3) y un circuito dedicado. Fusible 30, un golpe lento, debe ser capaz de mantener una sobrecarga de 3x durante 3 segundos.
Condiciones de salida de voltaje	226 Voltios, Frecuencia 50 Hz 10 KVA True On-Line Power Conditioned UPS
Lámparas de absorción atómica	Serie Lumina™ de lámparas de cátodo hueco (HCLs) Perkin Elmer Coded Electrodeless Discharge Lamps (EDLs)

Tabla 5. Especificaciones y requisitos para los gases del horno de grafito.

Gas	Purity	Outlet Gauge Pressure (+/- 10%)						Max. Flow (L/min)	
		(kPa)		(bar)		(psig)		HGA	TGHA
		P(min)	P(max)	P(min)	P(max)	P(min)	P(max)		
Argón	99.996%	350	400	3.5	4.0	50.8	58	1.22	0.7
Nitrogen	99.996%	350	400	3.5	4.0	50.8	58	1.22	0.7
Special	Particle free Water free	350	400	3.5	4.0	50.8	58	0.32	0.5

Tabla 6. Especificaciones para gases de la técnica de llama

Gas	Purity	Outlet Gauge Pressure (+/- 10%)						Max. Flow (L/min)	
		(kPa)		(bar)		(psig)		Air C ₂ H ₂	N ₂ O- C ₂ H ₂
		P(min)	P(max)	P(min)	P(max)	P(min)	P(max)		
Compressed air	Particle oil, Water free	300	400	3	4	43.5	68	28	-
Acetylene	99.6%	80	100	0.8	1.0	11.6	14.6	6	15

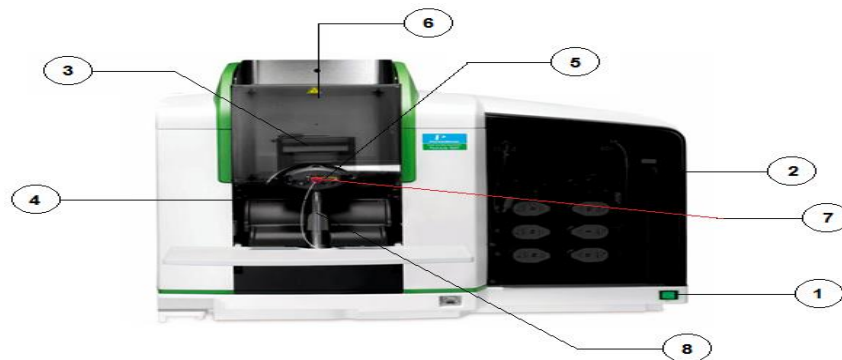
Nitrous oxide	99%	300	400	3	4	43.5	58	-	20
---------------	-----	-----	-----	---	---	------	----	---	----

Tabla 7 Especificaciones para purga de gases.

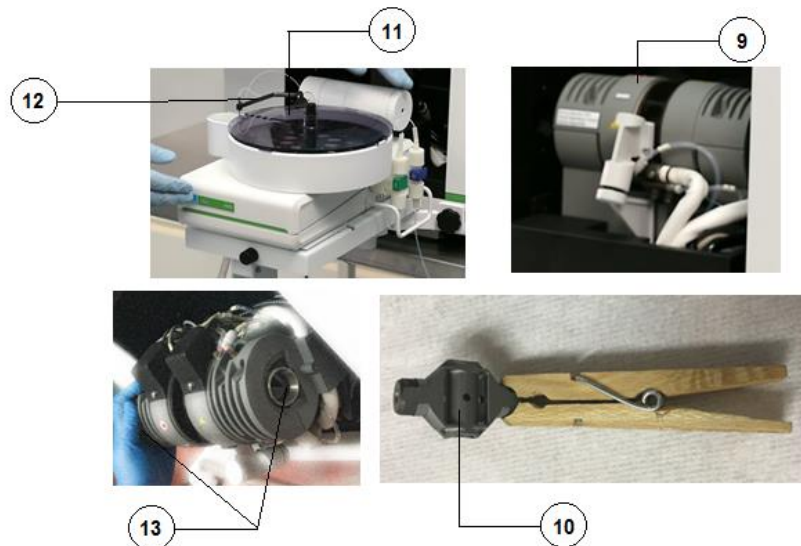
Gas	Purity	Outlet Gauge Pressure (+/- 10%)					
		(kPa)		(bar)		(psig)	
		P(min)	P(max)	P(min)	P(max)	P(min)	P(max)
Argon	99.996%	35	48	0.35	0.48	5.1	7
Nitrogen	99.996%	35	48	0.35	0.48	5.1	7

3.2.5. DESCRIPCIÓN

Está compuesto por 2 partes:



EQUIPO DE ABSORCIÓN ATÓMICA



HORNO DE GRAFITO

Imagen 1. Equipo de absorción atómica

Tabla 8. Partes del Equipo de absorción atómica PinAAcle 900T

A. Equipo Absorción Atómica	B. Horno de Grafito
1. Interruptor encendido y apagado del equipo. 2. Compartimento de lámparas. 3. Quemador. 4. Capilar. 5. Nebulizador. 6. Puerta Protectora. 7. Tornillo de ajuste del capilar. 8. Manguera de conducción del sistema de drenaje.	9. Horno de Grafito 10. Tubo de grafito 11. Autosampler 12. Brazo de Toma Alícuotas 13. Lentes de contacto

3.3. CALIBRACIÓN O VERIFICACIÓN

La calibración será realizada por personal técnico calificado, por medio de un organismo acreditado en verificación y calibración de volúmenes, de acuerdo a lo descrito en el instructivo vigente "Control metrológico de equipos, instrumentos y patrones" y con la frecuencia establecida en el formato vigente "Cronograma de mantenimiento, calibración y verificación de equipos".

3.4. MANTENIMIENTO

3.4.1. MANTENIMIENTO RUTINA

Registre cada una de las actividades que se realizan en este mantenimiento en el formato vigente Control de operación, comprobación y mantenimiento rutinario de equipos.

3.4.1.1. MANTENIMIENTO PREVENTIVO DEL COMPRESOR

Este mantenimiento se debe realizar diario y consiste en el drenaje del agua acumulada en el interior del compresor para lo cual:

1. Abra lentamente el registro que se encuentra en la parte de enfrente del compresor hasta que se evacue toda el agua acumulada.
2. Cierre el registro.

3.4.1.2. LIMPIEZA TÉCNICA DE LLAMA

1. De la cabeza del quemador:

El quemador debe proveer una llama uniforme a lo largo de toda la ranura. Una llama irregular indica que la ranura necesita limpieza. Con la llama apagada y la llave del aire abierta se realiza una limpieza a lo largo u ancho de la ranura utilizando para ello una platina metálica. Debe tenerse especial cuidado en no hacer cortes o mella en los bordes del quemador; si después de realizarse esta operación la llama continúa irregular, se debe retirar la cabeza del quemador para eliminar posibles depósitos o incrustaciones en el interior. Para tal fin proceda así:

- ° Apague la llama, cierre gases, purgue el equipo y deje enfriar la cabeza del quemador.
- ° Abra la puerta protectora.
- ° Mueva el seguro que se encuentra detrás de la cabeza del quemador hacia atrás, mueva el quemador en zig – zag hacia arriba hasta retirarlo por completo.

- Lave el quemador con jabón por dentro y fuera, retire el jabón con abundante agua y por último realice una lavada con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S/cm}$.
 - Seque el quemador en horno o con un chorro de aire.
 - La cabeza del quemador puede ser dejada en remojo toda la noche en una solución de ácido nítrico al 5% con el fin de remover los residuos no retirados en el paso previo. Posteriormente, lave con agua destilada y seque en horno o con un chorro de aire.
 - Una vez ejecutada la operación de limpieza, reinstale la cabeza del quemador en su lugar procediendo de forma inversa al proceso de desmonte de la misma.
2. Del nebulizador:
- Retire el capilar del Nebulizador. Colóquelo en un lugar seguro.
 - Retire el seguro del Nebulizador. Gírelo 90° a la izquierda y haciendo movimientos en zig-zag jálelo hacia afuera cuidadosamente. Al sacar el nebulizador póngalo en posición vertical y retire la esfera de impacto. Tener especial cuidado con esta ya que es de cerámica y podría quebrarse.
 - Retire de igual forma el spacer y ponerlos en un lugar seguro.
 - Quite la rosca de ajuste de flujo del capilar (rosca roja).
 - Retire la aguja de inyección con cuidado ya que tiene un resorte. Póngalo en un lugar seguro.
 - La esfera de impacto y el spacer puede ser lavado con jabón, luego usar abundante agua y por último realizar un enjuague con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S/cm}$
 - La aguja de inyección y el capilar se debe lavar con abundante agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S/cm}$, usar el alambre de cobre para limpiar de impurezas (suelo, motas, etc.) estas partes.
 - El armazón del nebulizador se lava con abundante agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S/cm}$. Armarlo en forma inversa al desarmado cuidando de no dejar ningún elemento fuera de su lugar, así: Al armazón del nebulizador colocar la aguja de inyección con el resorte (verificar que este ingrese fácilmente y este bien engrasado, de no ser así engrase, ponga el resorte y repita el procedimiento), coloque la rosca de ajuste de flujo del capilar (rosca roja), instale el capilar; colocando el nebulizador en posición vertical ubique el Spacer y la esfera de impacto y coloque con cuidado en una superficie plana y segura si no lo va a ensamblar de inmediato, de ser así insértelo en la ranura y empújelo en movimiento zig-zag hacia adentro, cuando llegue al tope póngalo en posición horizontal y asegúrese de poner el seguro.
 - De la cámara de mezcla del quemador.
 - Retire el nebulizador de la cámara de mezcla del quemador y luego desconecte la manguera de conducción de residuos del sistema de drenaje.
 - Oprima el botón blanco y empuje la palanca de ajuste de la cámara hacia atrás, en el costado derecho de la cámara de mezcla del quemador.
 - Ubique la cámara de mezcla en el soporte para la cámara.
 - Retire los seguros laterales.
 - Retire la tapa de la cámara de mezcla.
 - Retire el aspa de plástico y póngala en un lugar seguro.
 - Lave cada una de las partes con jabón usando un churrusco y una esponjilla donde sea necesario.
 - Retire el jabón con abundante agua, asegurándose que retiro completamente el jabón. Tenga especial cuidado con las rendijas y ranuras que existen en estas partes.
 - Realice un último lavado con abundante agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S/cm}$.

- Ensamble de manera inversa al desarmado, recordando que el aspa debe colocarse como se indica a continuación:

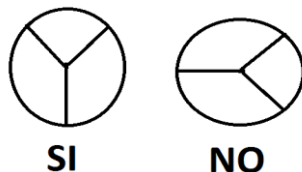


Imagen 2. Posición aspa

- Conecte la manguera de conducción de residuos del nebulizador del sistema de drenaje. Es posible que luego de conectado el check para el encendido de la llama se encuentre en rojo y no sea posible encender la llama. Para esto agregar agua (puede ser agua potable) con ayuda de un frasco lavador por la manguera de conducción lentamente y en secciones, hasta que el check se ponga en verde.
- Coloque finalmente el nebulizador.

3. Limpieza del sistema de drenaje:

Cuando se realiza la limpieza de la cabeza del quemador, es conveniente lavar el sistema de drenaje con agua destilada para remover residuos que puedan causar daños en el tubo de drenaje y en la cámara del quemador.

Para lavar el sistema, una vez ha removido la cabeza del quemador, vierta lentamente alrededor de 500 mL de agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$, desde la abertura de arriba de la cámara del quemador hasta el tanque de residuos.

4. Limpieza del tanque de residuos:

Cuando los residuos acuosos alcancen el nivel máximo señalado en el tanque de residuos proceda a su limpieza de la siguiente manera.

- Desconecte la manguera de conducción de residuos del nebulizador, jalándola cuidadosamente hacia abajo.
- Afloje y retire la tapa del tanque de residuos, teniendo la precaución de mantener en posición vertical todo el sistema de flotación, para esto colóquela en una cubeta dispuesta para tal fin.
- Vacíe cuidadosamente el contenido de este depósito en el lugar designado para los residuos peligrosos, según el instructivo vigente Manejo de residuos analíticos.
- Lave el tanque de residuos con una solución jabonosa y enjuague con agua del acueducto.
- Lave las mangueras de conducción de los residuos con ayuda de un frasco lavador que contenga agua (puede ser potable).
- Ensamble nuevamente el tanque de residuos en el orden inverso a su desconexión.
- Es posible que luego de conectado el check para el encendido de la llama se encuentre en rojo y no sea posible encender la llama. Para esto agregar agua (puede ser agua potable) con ayuda de un frasco lavador por la manguera de conducción lentamente y en secciones, hasta que el check se ponga en verde.

5. Limpieza del capilar:


Se debe realizar cuando las lecturas de absorbancia para una solución de trabajo sean anormales, cuando se escuche el capilar obstruido o cuando la última determinación haya sido realizada.

- ° Aspire Ácido Nítrico al 5% hasta que la lectura de absorbancia corresponda a la esperada.
- ° Si lo anterior no funciona, desconecte el capilar e introduzca el alambre de cobre a través del capilar desde el lado interno del mismo; muévelo de adentro hacia afuera con el fin de evacuar cualquier partícula sólida.

3.4.1.3. MANTENIMIENTO RUTINARIO DEL HORNO DE GRAFITO

Se debe tener en cuenta que el autosampler no debe estar ensamblado con el horno, para verificación de las condiciones del tubo de grafito y del estado actual de los contactos del horno de grafito. Se debe hacer de la siguiente forma:

1. Verificación y limpieza del tubo de grafito

En la barra de herramientas selecciona furnace . Se debe abrir una ventana y realizar los siguientes pasos:


- ° En maintenance da click en open/close . En ese instante el seguro del horno que consta de dos palancas de soporte se desactiva. Luego se gira la palanca inferior hacia la izquierda y posteriormente se toma la palanca superior hacia abajo para dejar libre el tubo de grafito.



Imagen 3. Palancas de seguro del horno

- ° Retira el tubo de grafito cuidadosamente con ayuda de un gancho de madera y luego debe verificar que el tubo de grafito no se encuentre de forma doblada o cambios en su estructura original. En caso contrario hacer el reemplazo del tubo de grafito por uno nuevo.

Advertencia: No se debe tocar el tubo con los guantes, solamente con el gancho de madera para evitar la contaminación, tal como se visualiza en la imagen.





Imagen 4. Gancho de madera

- Luego de haber retirado el tubo de grafito se encuentran los contactos del horno de grafito que envuelven al tubo de grafito. Se debe identificar la presencia de contaminación o impurezas dentro de los contactos. Con la ayuda de algodón o de copitos de algodón que no generen pelusa o motas, humedecido con alcohol isopropílico o etanol al 96%, se limpian cuidadosamente los contactos.
- Al finalizar la limpieza se debe posicionar el tubo de grafito dentro de los contactos de forma tal que el orificio del tubo de grafito se encuentre en la misma posición al orificio de salida del horno. Luego tome la palanca superior desplazándola hacia arriba y seguidamente gire a la derecha la palanca inferior hacia el centro, la cual debe quedar a la misma distancia de la palanca superior, tal como se muestra en la imagen.

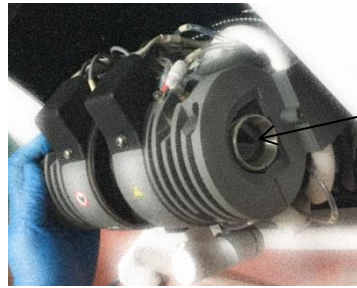


Imagen 5. Posicionamiento del tubo de grafito

- Por último, en mantenimiento de la ventana de la cámara de grafito dar click en open/close  para activar el seguro de la palanca de soporte y luego se debe verificar que el software detecte en la pantalla de la cámara de grafito que se encuentra listo para su operación.
- En caso de reemplazo del tubo de grafito, se da click en la función de "condition tube"  en mantenimiento. Esperar que el horno de grafito ejecute los pasos de temperatura de acondicionamiento de forma automática y luego se debe repetir la operación 2 veces más.

2. Verificación y limpieza de lentes ópticos

Verifique que los lentes ópticos del horno de grafito que están en los costados laterales, se encuentren limpios sin presencia de polvo.



Lentes del Horno
de Grafito

Imagen 6. Lentes ópticos del horno de grafito

Para su limpieza realizar lo siguiente:

- Se afloja el tornillo de seguridad de color negro a la izquierda hasta el tope. Luego usando las dos manos traer el horno hacia adelante de forma cuidadosa.



Imagen 7. Tornillo de seguridad-horno de grafito

- Se debe soltar cada tornillo que soporta el lente y luego retirar el caucho cuidadosamente para proceder con la limpieza de los lentes.



Imagen 8. Retiro soportes del lente

- Con la ayuda de papel de arroz limpiar cada lente de forma tal que se encuentre translucido sin presencia de pelusa.



Imagen 9. Limpieza del lente

Luego de proceder con la limpieza se posiciona cada lente en el tornillo, se fija el caucho y seguido se asegura en cada orificio del horno de grafito. Posteriormente con las dos manos se toma el horno de grafito llevándolo hacia atrás y después se asegura ajustando el tornillo de seguridad hacia la derecha.

3. Mantenimiento de mangueras, bombas de lavado y de muestra.

Se debe realizar la purga de mangueras con la función de flush sampler. En herramientas selecciona

furnace  y luego da click en "flush sampler" , de la siguiente manera:

- Antes de ejecutar el análisis se debe preparar ácido nítrico al 1%, y luego envasarlo en los recipientes de plástico provisto con manguera y hacer varios lavados con el fin de que se realice la limpieza tanto de las mangueras de lavado y de la bomba de enjuague para retirar impurezas o trazas de contaminación.
- Durante el análisis se debe contener agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ en el recipiente de plástico provisto con manguera, para mantener limpias las mangueras y la bomba de enjuague y al finalizar el análisis se debe realizar lavados con ácido nítrico al 1%.
- Al terminar la semana se debe programar lavados para la bomba de enjuague con etanol al 96% o alcohol isopropílico y así mantener su vida útil.

3.4.2. MANTENIMIENTO ESPECIALIZADO

Es efectuado exclusivamente por personal técnico calificado. En ningún momento deben manipularse los sistemas internos del equipo.

Este mantenimiento se debe efectuar mínimo una vez al año e incluye:

1. Limpieza y alimentación del sistema óptico.
2. Limpieza interna de todo el equipo.
3. Ajuste y limpieza de contactos electrónicos.
4. Limpieza de tarjetas electrónicas.
5. Calibración de la longitud de onda.
6. Verificación del equipo con patrones certificados de densidad óptica.
7. Verificación de voltaje y test point.
8. Limpieza general del sistema de atomización.

Debe quedar constancia de la garantía de este mantenimiento, identificando con un rótulo de garantía sobre el equipo.


Deben registrarse las actividades de este mantenimiento en el formato vigente "Control de operación, comprobación y mantenimiento rutinario de equipos".


3.5. PROCEDIMIENTO

Para realizar el procedimiento se debe tener en cuenta el numeral 3.2.5. Descripción, para guiarse con la numeración de las partes del equipo, las cuales son enunciadas en cada paso según aplique.

3.5.1. ENCENDIDO Y AJUSTE


3.5.1.1. TÉCNICA EN LLAMA

1. Realiza la purga del compresor ubicada en el cuarto de compresores que se encuentra en la terraza del Laboratorio Nacional de Suelos, mediante la apertura de la llave que se encuentra en la parte de enfrente del compresor y permita la salida del agua en su totalidad. Luego de esto cierra nuevamente la llave.
2. Encienda el computador y enseguida el equipo de absorción atómica. Cuando en la pantalla de inicio en la parte inferior derecha se observe  abra el programa WINLAB32 for AA. Espere a que se realice el diagnóstico del sistema.

3. En la pantalla central del programa ubica el icono  (work space o área de trabajo) y selecciona el método a usar.

4. Espera 15 minutos, abra las válvulas de paso de los cilindros en el cuarto de gases y las válvulas de los gases que se encuentran en el cuarto de absorción atómica (si no se habían abierto anteriormente). Abra primero el aire y posteriormente el acetileno. En el caso de necesitar el Óxido Nitroso, recuerde subir el taco, conectar el calentador y abra el paso del gas, en ese orden, mínimo 30 minutos antes de iniciar con el análisis (Lectura de Aluminio y Silicio).

5. Realice una purga mediante  (Bleed Gases), ubicado en el panel de control de la llama (Flame Control).

6. Encienda la llama mediante la tecla F10 o en el icono , ubicado en el panel de control de la llama (Flame Control).


3.5.1.2. TÉCNICA HORNO DE GRAFITO

1. Deja la puerta protectora UV cerrada y retira la misma sujetándola con las dos manos hacia arriba, de forma que la puerta se desprenda fácilmente de las bisagras.
2. Mueva el seguro que se encuentra detrás de la cabeza del quemador hacia atrás, y luego sujeta el quemador con movimientos en zig – zag hacia arriba hasta retirarlo por completo.
3. Retira la tapa protectora del horno de grafito halándola hacia atrás.
4. Antes de ensamblar el autosampler verifica el estado actual del horno de grafito, como sigue a continuación:
 - a. Verifica que los lentes del horno de grafito que están en los costados laterales se encuentren limpios sin presencia de polvo.
 - b. Verifica el buen estado del tubo de grafito.

- Comprueba que la tapa del automuestreador quede en la posición de acuerdo a la siguiente gráfica, para evitar que golpee el brazo de tomas de alícuotas.



Imagen 10. Automuestreador

- Luego de haber verificado el estado actual del horno de grafito, mueva el Autosampler del horno de grafito al equipo de absorción atómica y ajuste los tornillos del Autosampler en los orificios del equipo.
- Verifica que el "chiller" que se encuentra en la parte debajo del mesón, se encuentre con líquido y en un nivel cercano al indicador máximo.
- Prenda la campana extractora de gases.
- Abra la válvula del cilindro ubicado en el cuarto de gases y la válvula del manómetro en la entrada del equipo de absorción atómica (argón).
- Encienda el computador y enseguida el equipo de absorción atómica. Cuando en la pantalla de inicio en la parte inferior derecha se observe , abra el programa WINLAB32 for AA. Espere a que realice la verificación del sistema.
- En caso de encontrarse el equipo en técnica de llama (FLAME), se hace el cambio a técnica de horno de grafito (FURNACE). En la pantalla principal del programa, haga click en FILE, luego click en CHANGE TECHNIQUE y seguido da clic en FURNACE. Espere a que realice el cambio de técnica y la verificación del sistema.

3.5.2. CREACIÓN DEL SAMPLE INFO

Antes de iniciar la lectura de las muestras es necesario crear el SAMPLE INFO, para así dejar registro de la lectura y para la impresión de respaldo.

- En la pantalla principal del programa haga click en FILE, luego click en NEW y click en SAMPLE INFO.
- Se abre una ventana en la que indica que abrirá un Sample Info nuevo por Default. Da click en OK.
- Se abrirá la ventana del Sample Info en donde se diligencia lo siguiente:
 - Batch ID: Que se está analizando y nombre de la caja. Ejemplo: BASES 2017-12-14 (1)
 - File Description: Si se necesita alguna descripción o anotación. Ejemplo: Lectura de Bases 2017-12-14 (1) parte 1.
 - A/S Location: Iniciando en 1 hasta el número de muestras y diluciones a leer. En el caso del horno de grafito, este ítem indicara la ubicación de las muestras dentro del automuestreador.
 - Sample ID: Número de Laboratorio. Ejemplo: 1-27888, 1-27888 Dil (1.50), etc.

- Al ingresar todos estos datos, da clic en FILE, luego clic en SAVE y clic en SAMPLE INFO. Se abrirá una ventana donde se selecciona la carpeta a guardar el SAMPLE INFO, se da el mismo nombre ingresado en el BATCH y clic en GUARDAR.
- Selecciona la carpeta en donde se guardará lo leído. Se da clic en (Open).

Results Data Set Name:

Se da el mismo nombre usado en el BATCH ID, para así guardar continuidad en el análisis y en caso de necesitar imprimir los resultados tiempo después de la lectura.


- Antes de iniciar la calibración del equipo y la lectura de las muestras es necesario verificar que los datos del SAMPLE INFO y la carpeta donde se guardarán los datos leídos están cargados, si no es así cargarlos dando click en SAMPLE INFO ubicado en el panel Manual Analysis Control.


Info. File: y Results Data Set Name:


3.5.3. CONDICIONES ÓPTIMAS Y CURVAS PATRÓN

3.5.3.1. TÉCNICA EN LLAMA


3.5.3.1.1. ABSORCIÓN ATÓMICA

- En la pantalla central del programa ubica el icono  (continuous graphics) y haga click, para encender lámpara y activar el método. Espera a que en la ventana que se abre aparezca el valor de la absorbancia del agua que se tiene en el vaso precipitado; el agua que se encuentra en el vaso de precipitado donde permanece el capilar, se debe cambiar antes de empezar el análisis, por agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$.


- Espera aproximadamente 3 minutos y observa que en la pantalla central del programa, aparezca  (lámparas), y realice un setup (click sobre el nombre de la lámpara) en la lámpara a usar, de esta forma se ajusta la energía y corriente de la lámpara. Es importante cerrar la ventana ya que si se deja abierta esta no permitirá realizar las demás acciones.


- Abra nuevamente el continuous graphics , haga click en auto zero y sumerja el capilar en la solución de chequeo de sensibilidad del elemento a cuantificar, verifica el valor de la absorbancia (debe ser aproximadamente 0,2 unidades de absorbancia) y proceda a ajustar la máxima sensibilidad de lectura (absorbancia) ajustando la posición del quemador y/o ajustando el flujo en el nebulizador, así:

- Ajuste del Nebulizador:
 - Aspirando la solución de chequeo de sensibilidad, gira lentamente el tornillo de ajuste del capilar a la derecha o a la izquierda hasta obtener un máximo de absorbancia y hasta que comience a decrecer; continúa moviendo el tornillo para determinar si hay un segundo máximo.
 - Fija el tornillo en la posición de máxima absorbancia.
- Ajuste posición del Quemador:

- En el panel de Control de la llama (Flame Control), haga click en  (Align Burner - alinear quemador), este abrirá la ventana de continuos graphics y la ventana de aling burner wizard.
- Escoja alinear automático de la opción aling burner que se muestra en la ventana y siga las instrucciones dadas por el programa.
- Para guardar los cambios realizados haga click en FINALIZAR.

1. Anota el valor de la absorbancia alcanzada en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica; y cierra la ventana del continuos graphics.

2. Estando en la pantalla principal y para iniciar la calibración del equipo, haga click en  ubicado en el panel Manual Analysis Control o seleccione F5, se observará la longitud de onda del elemento en cuestión, Slit, Corriente y energía de la lámpara, seguido por el ajuste al cero. Este paso se realiza con el capilar sumergido en el vaso precipitado con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$. Anote la información requerida en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

3. Sumerja el capilar dentro de la solución correspondiente al primer punto de la curva de calibración del elemento a analizar y oprima F6 o haga click en  ubicado en el panel Manual Analysis Control. Repita lo anterior para calibrar con las soluciones restantes, en orden ascendente sin olvidar ingresar el capilar en el vaso de precipitado con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ entre uno y otro punto.

4. Verifica que el coeficiente de correlación sea superior a 0,997 y anota los valores de la curva en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

5. Verifica la curva de calibración con la lectura de las soluciones control de concentración intermedia con respecto a las soluciones de calibración haciendo click en Analyze QC

6. 

7. Registra su valor en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

8. El equipo está listo para iniciar la lectura de las muestras.

3.5.3.1.2. EMISIÓN ATÓMICA


La determinación cuantitativa por emisión implica los mismos pasos de operación descritos para el procedimiento de absorción con dos excepciones:

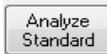
- No se requiere una lámpara para llevar a cabo la cuantificación.
- Para cada elemento a cuantificar es necesario aspirar con el capilar la solución de máxima concentración en el rango lineal, mientras se hace el ajuste de la máxima ganancia; se debe mantener el capilar en esta solución hasta salir de esta opción.

1. Cambia el agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ que se encuentra en el vaso de precipitado donde permanece el capilar (4).

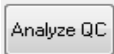
2. NOTA: Cada vez que realice una lectura de absorbancia o de concentración se debe introducir el capilar dentro de la solución a analizar, dar el comando requerido, tomar nota sobre el valor de la respuesta y a continuación retira el capilar de la solución para dejarlo nuevamente en el vaso de precipitado que contiene agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$

3. En la barra de herramientas del programa ubica  (continuous graphics), se abrirá una ventana donde pedirá que sumerja el capilar en la solución de mayor concentración de la curva. Este debe estar dentro de la solución hasta que en la ventana del continuous graphics aparezca la absorbancia de dicho punto. Luego de esto se pondrá nuevamente el capilar en el vaso precipitado con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$.

4. Estando en la pantalla principal y para iniciar la calibración del equipo, haga click en  ubicado en el panel Manual Analysis Control o seleccione F5 o, se observara la longitud de onda del elemento en cuestión, Slit, Corriente y energía de la lámpara, seguido por el Ajuste al cero. Este paso se realiza con el capilar sumergido en el vaso precipitado con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$. Anote la información requerida en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

5. Sumerja el capilar dentro de la solución correspondiente al primer punto de la curva de calibración del elemento a analizar y oprima F6 o haga click en  ubicado en el panel Manual Analysis Control. Repita lo anterior para calibrar con las soluciones restantes, en orden ascendente sin olvidar ingresar el capilar en el vaso de precipitado con agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ entre uno y otro punto. Anote la información requerida en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

6. Verifica que el coeficiente de correlación sea superior a 0,997 y anote los valores de la curva en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

7. Verifica la curva de calibración con la lectura de las soluciones control de concentración intermedia con respecto a las soluciones de calibración haciendo click en Analyze QC  Registre su valor en el formato vigente Control condiciones de operación espectrofotómetro de absorción y emisión atómica.

El equipo está listo para iniciar la lectura de las muestras.

3.5.3.2. TÉCNICA HORNO DE GRAFITO

3.5.3.2.1. AJUSTE DEL AUTOSAMPLER

1. Verifica el brazo del autosampler AS900 del horno del horno de grafito de la siguiente forma:
 - a. Ensamble el autosampler hacia el equipo principal y verifica que los tornillos del queden de forma ajustada en la posición de los orificios.

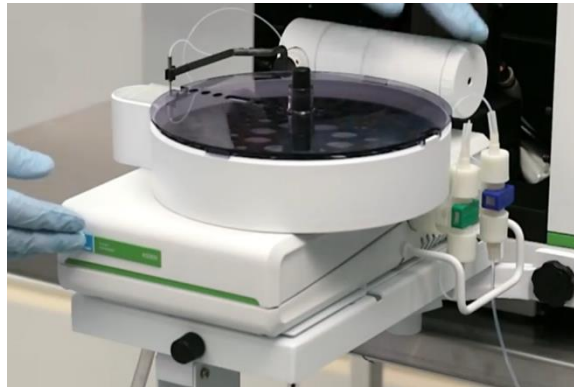


Imagen 11. Ensamble del autosampler

- b. En herramientas selecciona furnace y luego da click en align tip. El brazo se prepara para el trabajo de alineación.
- c. Selecciona como tarea a realizar "Suspend the autosampler tip above the rinse vessel to renew and cut the plastic tubing".
- d. En este punto se debe verificar que la punta se encuentre con un corte transversal de 45° y que la distancia que va desde la punta de corte hasta el tubo metálico no sea inferior a 7mm ni mayor a 10 mm con el fin de garantizar la repetibilidad del dato y un porcentaje de error (%RSD) bajo.

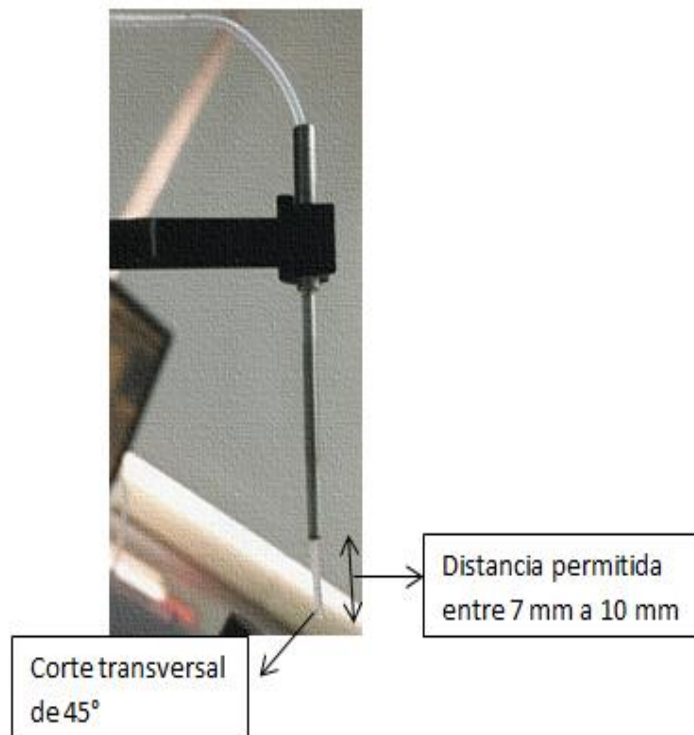


Imagen 12. Verificación de la punta

2. Calibración del brazo de autosampler AS900 del horno del horno de grafito.

- a. Selecciona como tarea a realizar la opción "Align the autosampler tip in the graphite tube". Espera que el brazo se ponga en posición para ser alineado donde ha sido suspendido sobre el orificio en el tubo de grafito.
- b. Usando las dos perillas de alineación X-Y negras en la carcasa del horno, alinee la punta con el orificio en el tubo de grafito. Baje la punta más cerca del orificio con la perilla blanca de profundidad grande mientras ajusta X e Y hasta que la punta encaje en el centro del orificio.

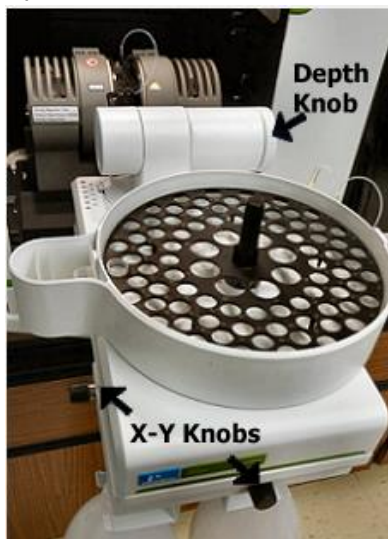


Imagen 13. Alineación de la punta con el orificio en el tubo de grafito

- c. Use la ventana de la cámara (está disponible) para ver la punta en el tubo, o coloque el espejo en el lado derecho del tubo.
- d. Toma la perilla de profundidad, ajuste la profundidad de la punta del automuestreador en el tubo de modo que quede a 1-2 mm por encima de la plataforma. Solo ajusta en la dirección hacia abajo. Si se ajusta demasiado bajo, haga clic en "Atrás" e intente de nuevo.
- e. Haga clic en finalizar para guardar la posición determinada de trabajo cuando realice análisis, de acuerdo a la imagen. En ese momento guarda la configuración actual y el brazo regresa a su posición inicial.

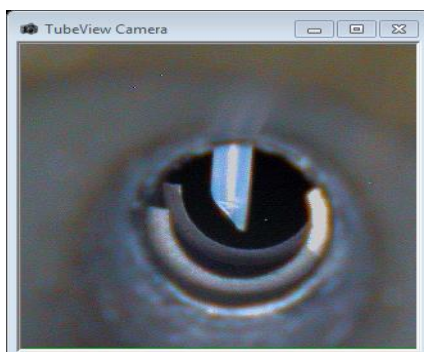


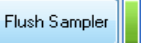


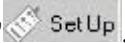
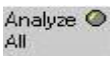
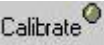
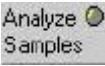


Imagen 14. Posición determinada de trabajo

- f. Para verificar que la posición actual se encuentre de acuerdo a la configuración guardada actual, da click en align tip y luego da click en "check autosampler tip alignment in the graphite tube" y da click en siguiente.




- g. En ese instante el brazo se mueva hasta la posición de trabajo y nuevamente verifica que la posición coincida tal como se muestra en la imagen anterior.
- h. En caso de que el brazo se encuentre más arriba de la posición de trabajo, baja suavemente hasta la posición usando la perilla de profundidad y luego da click en finalizar para guardar la nueva posición. Si por el contrario se encuentra por debajo de la posición de trabajo actual se debe repetir la alineación del brazo y da click en cancelar para no guardar cambios.
3. Ajusta de las condiciones de trabajo del horno de grafito.
- a. Verifica las condiciones de trabajo. Es importante recordar que en el método de cada elemento está establecido las temperaturas de pirolisis y atomización, los modificadores químicos y demás parámetros óptimos de trabajo, se deben variar si es en realidad necesario, ya que el modificar estos en el método podría afectar la sensibilidad y calidad de los resultados.
- b. Encienda las lámparas. Vaya a Herramientas> Configuración de la lámpara. En la columna Activar/ Desactivar, haga click en la lámpara que se utilizará. Haga click en el botón de la columna Configurar para alinear la lámpara. Permita que las lámparas se calienten durante 20 minutos antes de la alineación si es lámpara tipo cátodo HCl. En caso de ser una lámpara tipo EDL permita que se caliente por 50 minutos. Asegúrese de que el espejo para el seguro esté en la posición correcta.
- c. En herramientas selecciona furnace  y luego da click en . Espera que ejecute el proceso de pirolisis de acuerdo a las temperaturas dadas en las condiciones recomendadas por elemento.
- d. Realice un lavado de mangueras y de las bombas tanto de lavado como de la muestra mediante el icono  (flush sampler), ubicado en la barra de herramientas (Furnace Control) de acuerdo numeral del Mantenimiento del espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer PinAAcle 900T.
- e. Según el método a utilizar, se debe posicionar las soluciones necesarias para calibración, control y lectura de muestras en el autosampler de acuerdo a la numeración descrita en el cargador de muestras.
- f. Almacena la información de las muestras dentro de la opción "sample info file" ingresando la ubicación en las muestras en la tabla de acuerdo al numeral 3.5.2. Creación del Sample Info. No olvide guardar los datos en File > Save > Sample Info file. Luego verifique que los datos sean cargados para su uso de acuerdo al nombre dado desplazándose en la barra de herramientas dando click en "sample info file" .
- g. En la ventana "automated analysis control" da click en "rebuild list" . Se carga la posición de la solución diluyente, el orden de elaboración de cada punto de la curva, posiciones de las soluciones control de acuerdo al método guardado y las muestras debidamente diligenciadas y ordenadas de acuerdo a la creación del "sample info file".
- h. En la ventana "automated analysis control" da click en la pestaña "set up" .
- i. Verifica que la opción de "save data" se encuentre activada antes de iniciar.
- j. Da click en (Analyze All)  donde automáticamente ejecuta curva de calibración, soluciones control y lecturas de muestra. En caso de solamente ejecutar la curva de

calibración da click en (Calibrate)  o en caso de leer solamente las muestras pero teniendo en cuenta que la curva de calibración está en ejecución, da click en (Analyze samples) 




- k. Si desea leer muestras seleccionadas da click en "Select Loc" y luego escriba en el número de localización de las muestras separadas o intervalos separados por coma (Ejemplo: 1, 3, 5, 9, 14 – 25).

3.5.4. APAGADO DEL EQUIPO

3.5.4.1. APAGADO DEL EQUIPO – TÉCNICA DE LLAMA

1. Cuando la última determinación haya sido por absorción atómica apague la lámpara dando click en el icono (lámparas) , y da click en el botón de encendido (debe estar de color verde y pasar a gris).
2. Deja aspirar agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ durante unos minutos. Luego deja aspirar HNO_3 al 5% durante unos segundos, en seguida nuevamente deja aspirar agua con CE (conductividad eléctrica) $\leq 1 \mu\text{S}/\text{cm}$.
3. Apaga la llama oprimiendo F10 o haciendo click en el icono , en el panel de control de la llama (Flame Control).
4. Cierra los manómetros en el panel de control de gases; primero la llave del acetileno y luego la del aire.
5. En el panel de control de la llama (Flame Control) haga click en  (Bleed Gases) hasta que la presión en el manómetro del aire este en cero.
6. Cierra el programa WINLAB 32 for AA.
7. Apaga el equipo de absorción atómica mediante el interruptor verde.
8. Apaga la campana de extracción.
9. Apaga el computador.
10. Registra la información pertinente en el formato vigente "Control de operación, comprobación y mantenimiento rutinario de equipos".

3.5.4.2. APAGADO DEL HORNO DE GRAFITO

1. Apaga la lámpara dando click en  (lámparas), y click en el botón de encendido (debe estar de color verde y pasar a gris).
2. En herramientas selecciona furnace , y luego da click en "flush sampler"  varias veces.
3. Vacía la botella de residuos del horno de grafito. Disponga las soluciones de desecho correctamente de acuerdo al instructivo vigente Manejo de residuos analíticos.
4. Retira todas las muestras y reactivos de la bandeja de muestras y limpia cualquier derrame.
5. Apaga el Espectrofotómetro.
6. Cierra el suministro de gas de argón tanto en el panel de control como en el cuarto de gases.
7. Salga de WINLAB: en el menú Archivo y haga click en Salir.
8. Desarma de forma cuidadosa el autosampler AS900 del horno de grafito y ensambla el quemador y la puerta protectora UV.

9. Apaga el espectrofotómetro, el computador y la impresora.

4. CONTROL DE CAMBIOS

FECHA	CAMBIO	VERSIÓN
15/12/2021	<ul style="list-style-type: none"> ◦ Se adopta como versión 1 debido a la actualización del Mapa de Procesos en Comité Directivo del 29 de junio del 2021, nuevos lineamientos frente a la generación, actualización y derogación de documentos del SGI. ◦ Se ajusta el documento según la nueva Estructura Orgánica aprobada por Decreto 846 del 29 de Julio del 2021. ◦ Hace Parte del proceso Gestión de Información Geográfica del subproceso Gestión Agrologica. ◦ Se encuentra asociado al procedimiento "Análisis de Muestras en el Laboratorio Nacional de Suelos". ◦ Se actualiza el instructivo "Operación y Manejo del Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer Pinaacle 900t", código I40601-31/18.V1, versión 1, a instructivo del mismo nombre, código IN-AGR-PC01-17, versión 1. ◦ Se deroga la circular 321 del 30 de noviembre de 2018 ◦ Se eliminó la tabla de contenido. ◦ Se reorganizaron todos los capítulos. ◦ Se ajustaron los capítulos de políticas de operación y definiciones. 	
30/11/2018	<ul style="list-style-type: none"> ◦ Se adopta como versión 1 por corresponder a la creación del documento. Emisión Inicial Oficial. 	1

Elaboró y/o Actualizó	Revisó Técnicamente	Revisó Metodológicamente	Aprobó
<p>Nombre: Johanna Katerin Cordero Casallas</p> <p>Cargo: Contratista Subdirección de Agrología</p> <p>Nombre: Maria Paula Rojas Rueda</p> <p>Cargo: Contratista Subdirección de Agrología</p>	<p>Nombre: Juan Camilo García</p> <p>Cargo: Profesional Especializado Subdirección de Agrología</p>	<p>Nombre: Marcela Yolanda Puentes Castrillón</p> <p>Cargo: Profesional Especializado Oficina Asesora de Planeación</p>	<p>Nombre: Napoleón Ordoñez Delgado</p> <p>Cargo: Subdirector de Agrología</p>