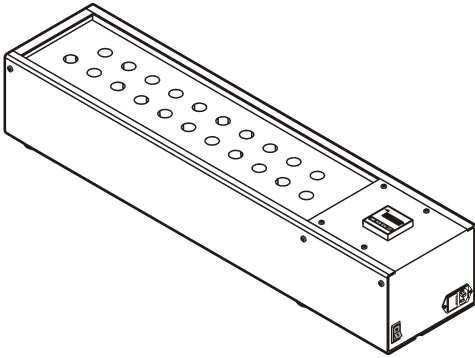




DOC022.97.80305

Lachat Micro Dist[©]

05/2014, Edition 3



User Manual
Manuel d'utilisation
Manual del usuario

English 3

Français 28

Español 54

Table of Contents

[Specifications](#) on page 3

[General information](#) on page 3

[Installation](#) on page 7

[User interface and navigation](#) on page 8

[Operation](#) on page 9

[Maintenance](#) on page 20

[Troubleshooting](#) on page 22

[Replacement parts and accessories](#) on page 23

[Appendix](#) on page 24

Specifications

Specifications are subject to change without notice.

Specification	Details
Dimensions (W x D x H)	72 x 17 x 15 cm (28.3 x 6.7 x 5.9 in.)
Enclosure	Aluminum
Weight	20 kg (45 lb)
Safety	Laboratory 61010-1, 61010-2-010 (UL, CSA, EN safety standards)
Pollution degree/installation category	2; II
Protection class	I
Power requirements	100–115 VAC, 50/60 Hz, 9–11 A 230 VAC, 50/60 Hz, 5 A
Fuse	100–115 VAC: 15 A, 250 VAC, slow-blow 230 VAC: 6.3 A, 250 VAC, slow-blow
Operating environment	Temperature: 5 to 40 °C (41 to 104 °F) Humidity: 92.5%, non-condensing maximum
Sample size	6.0 mL capacity per Micro Dist tube
Sample capacity	21 Micro Dist tubes
Tube material	Analytical-grade pure polypropylene
Temperature range	30 to 135 °C (86 to 275 °F)
Temperature accuracy	±0.5 °C (0.9 °F)
Temperature variation (hole-to-hole)	Less than ±0.5 °C (0.9 °F)
Controller set point error	Less than 1% of the temperature set point
Certifications	100–115 VAC model: UL and CSA safety standards (cETLus mark) 230 VAC model: CE

General information

In no event will the manufacturer be liable for direct, indirect, special, incidental or consequential damages resulting from any defect or omission in this manual. The manufacturer reserves the right to make changes in this manual and the products it describes at any time, without notice or obligation. Revised editions are found on the manufacturer's website.

Safety information

NOTICE

The manufacturer is not responsible for any damages due to misapplication or misuse of this product including, without limitation, direct, incidental and consequential damages, and disclaims such damages to the full extent permitted under applicable law. The user is solely responsible to identify critical application risks and install appropriate mechanisms to protect processes during a possible equipment malfunction.

Please read this entire manual before unpacking, setting up or operating this equipment. Pay attention to all danger and caution statements. Failure to do so could result in serious injury to the operator or damage to the equipment.

Make sure that the protection provided by this equipment is not impaired. Do not use or install this equipment in any manner other than that specified in this manual.

Use of hazard information

⚠ DANGER

Indicates a potentially or imminently hazardous situation which, if not avoided, will result in death or serious injury.

⚠ WARNING

Indicates a potentially or imminently hazardous situation which, if not avoided, could result in death or serious injury.

⚠ CAUTION





Indicates a potentially hazardous situation that may result in minor or moderate injury.

NOTICE

Indicates a situation which, if not avoided, may cause damage to the instrument. Information that requires special emphasis.

Precautionary labels

Read all labels and tags attached to the instrument. Personal injury or damage to the instrument could occur if not observed. A symbol on the instrument is referenced in the manual with a precautionary statement.

	Electrical equipment marked with this symbol may not be disposed of in European domestic or public disposal systems. Return old or end-of-life equipment to the manufacturer for disposal at no charge to the user.
	This symbol, if noted on the instrument, references the instruction manual for operation and/or safety information.
	This symbol, when noted on the product, identifies the location of a fuse or current limiting device.
	This symbol indicates that the marked item can be hot and should not be touched without care.

Certification

Canadian Radio Interference-Causing Equipment Regulation, IECs-003, Class A:

Supporting test records reside with the manufacturer.

This Class A digital apparatus meets all requirements of the Canadian Interference-Causing Equipment Regulations.

Cet appareil numérique de classe A répond à toutes les exigences de la réglementation canadienne sur les équipements provoquant des interférences.

FCC Part 15, Class "A" Limits

Supporting test records reside with the manufacturer. The device complies with Part 15 of the FCC Rules. Operation is subject to the following conditions:

1. The equipment may not cause harmful interference.
2. The equipment must accept any interference received, including interference that may cause undesired operation.

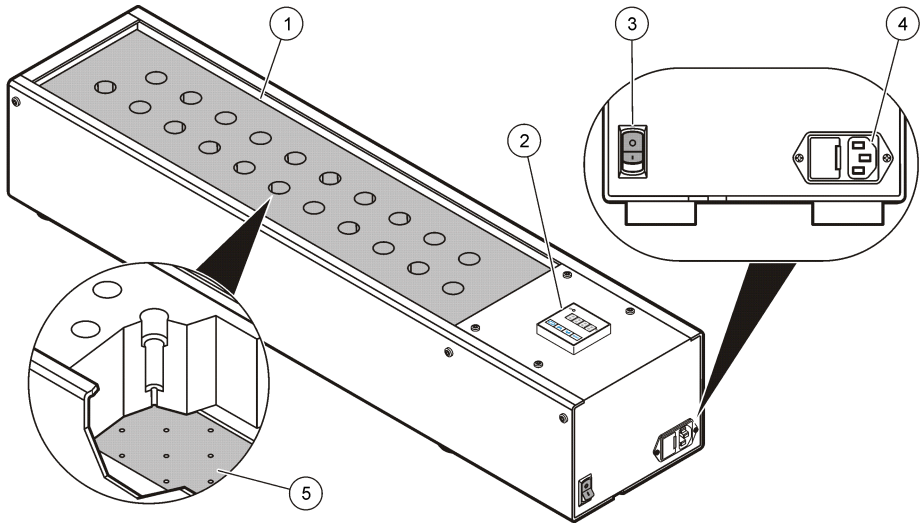
Changes or modifications to this equipment not expressly approved by the party responsible for compliance could void the user's authority to operate the equipment. This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to Part 15 of the FCC rules. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment. This equipment generates, uses and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference, in which case the user will be required to correct the interference at their expense. The following techniques can be used to reduce interference problems:

1. Disconnect the equipment from its power source to verify that it is or is not the source of the interference.
2. If the equipment is connected to the same outlet as the device experiencing interference, connect the equipment to a different outlet.
3. Move the equipment away from the device receiving the interference.
4. Reposition the receiving antenna for the device receiving the interference.
5. Try combinations of the above.

Product overview

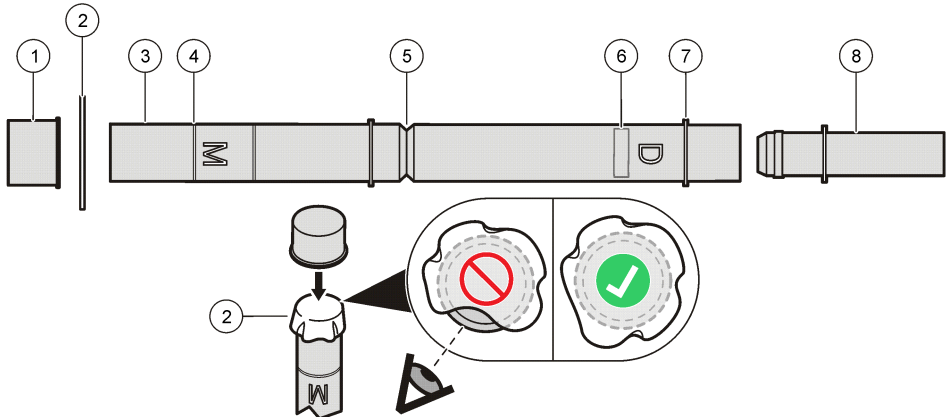
This instrument is used with Micro Dist[®] tubes to remove volatile analytes from liquid or solid samples with distillation. Refer to [Figure 1](#) and [Figure 2](#). This instrument is for indoor use only.

Figure 1 Instrument overview



1 Heater block	3 Power switch	5 Drain plate (under the heater block)
2 Display and keypad	4 Power connector	

Figure 2 Micro Dist tube overview

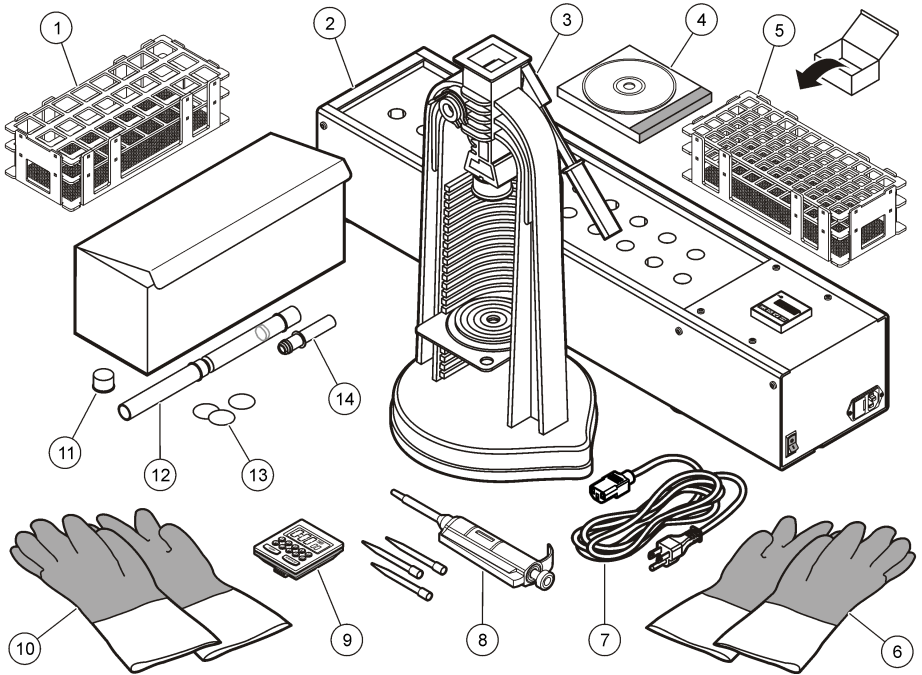


1 Tube cap	4 6.0 mL mark	7 Stop ring
2 Cap membrane	5 Break point	8 Sample tube
3 Collector tube	6 Collector tube membrane	

Product components

Make sure that all components have been received. Refer to [Figure 3](#). If any items are missing or damaged, contact the manufacturer or a sales representative immediately.

Figure 3 Instrument components



1 Collector tube rack	8 Pipette
2 Micro Dist ¹	9 Timer
3 Assembly press	10 Heat-resistant gloves, size large
4 Instructional CD	11 Tube cap (10x)
5 Sample tube rack	12 User-fill collector tube ² (10x)
6 Heat-resistant gloves, size medium	13 Cap membranes (20x)
7 Power cord	14 Sample tube (10x)

¹ A17102 includes only the Micro Dist block and a power cord.

² Not for use with the Ammonia-1 or -2 Method. Refer to [Accessories](#) on page 24.

Installation

Assemble the tube racks

Refer to the assembly instructions supplied with the tube racks.

Connect the power cord

▲ DANGER



Electrocution hazard. Protective Earth Ground (PE) connection is required.

⚠ DANGER



Electrocution and fire hazard. Attach the power cord so that it cannot touch hot surfaces.

⚠ DANGER



Electrical shock and fire hazards. Replacement power cords must:

- Have the correct plug style for the outlet connection
- Have a rating sufficient for the supply voltage and current. Refer to the requirements in the Specifications section.
- Meet or exceed local electrical code requirements

⚠ WARNING



Personal injury hazard. Instruments or components are heavy. Use assistance to install or move.

NOTICE

Make sure that there is at least 15 cm (6 in.) of clearance around the instrument to prevent heat damage to objects near the instrument and so there is sufficient air flow around the instrument.

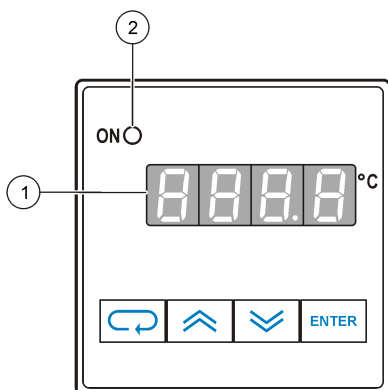
This instrument is rated for an altitude of 2000 m (6562 ft) maximum. Use of this instrument at an altitude higher than 2000 m can slightly increase the potential for the insulation to breakdown, which can result in an electric shock hazard. The manufacturer recommends that users with concerns contact technical support.

1. Put the instrument on a stable, level, heat-resistant surface. Do not put the instrument in direct sunlight.
2. Connect the power cord to the power connector. Refer to [Figure 1](#) on page 6.
3. Connect the power cord to an electrical outlet with protective earth ground.

User interface and navigation




[Figure 4](#) shows the instrument display and keypad. [Table 1](#) gives the key functions.

Figure 4 Display and keypad



1 Temperature of the heater block (°C)	2 Heating light
--	-----------------

Table 1 Key functions

Key	Function
	Shows or changes the temperature setting.
	Increases the value.
	Decreases the value.
ENTER	Saves the change.

Operation

▲ WARNING



Chemical exposure hazard. Obey laboratory safety procedures and wear all of the personal protective equipment appropriate to the chemicals that are handled. Refer to the current safety data sheets (MSDS/SDS) for safety protocols.

▲ WARNING



Gas inhalation hazard. Operate the instrument in a fume hood to prevent exposure to hazardous gas.

▲ WARNING



Explosion hazard. To prevent the increase of pressure in the tubes during distillation, do not cover the ventilation opening in the tube caps.

⚠ WARNING



Explosion hazard. Hot sample can exit the sample tube explosively if foam or debris touches the membrane during distillation.

⚠ CAUTION



Fire hazard. This product is not designed for use with flammable liquids.

⚠ CAUTION



Multiple hazards. Only qualified personnel must conduct the tasks described in this section of the document.

Refer to [Troubleshooting](#) on page 22 if foam or debris touches the membrane during distillation.

Hazardous gas information

The Micro Dist methods do not typically release hazardous gases, but a hazardous situation can occur in a fault condition. Refer to [Table 2](#) for the gases that can be released from the Micro Dist.

Table 2 Hazardous gas information for specific methods

Method	Gas	Permissible exposure limit concentration (per mg/m ³)
Cyanide-1	Cyanide (HCN)	5 mg
Cyanide-2	Cyanide (HCN)	5 mg
Cyanide-3 (WAD)	Cyanide (HCN)	5 mg
Cyanide-5	Cyanide (HCN)	5 mg
Phenolics-1	Phenol (C ₆ H ₅ OH)	19 mg
Sulfide-1	Hydrogen sulfide (H ₂ S)	15 mg
Sulfide-2	Hydrogen sulfide (H ₂ S)	15 mg
Ammonia-1	Ammonia (NH ₃)	35 mg
Ammonia-2	Ammonia (NH ₃)	35 mg
Tritium-1	Tritium (³ H)	—

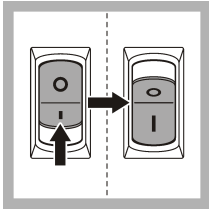
Preparation notes

- The instrument takes approximately 40 minutes to increase to the set temperature.
- For very low-concentration methods, such as ammonia, flush the collector tubes with deionized water before use.
- Use only ammonia collector tubes with the ammonia Micro Dist methods. Typically, the ammonia collector tubes contribute an ammonia blank of 0.015 mg or 15 ppb N/L in the 6.0 mL of distillate. Make sure to distill both calibration standards and all samples with the ammonia tubes.
- Use user-fill tubes the same day they are filled with trapping solution.
- Keep pre-fill tubes sealed in the package until ready to use. Use pre-fill tubes within 2 weeks after the sealed package is opened. Record the date the package was opened on the package.
- Do not put collector tubes in a refrigerator as cold causes the collector tube membrane to decrease in size. Trapping solution can then get around the collector tube membrane.
- For the cyanide methods, always distill the standards with the samples.

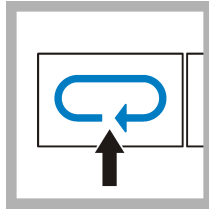
- The manufacturer recommends that the user distills a set of standards at least once a day or once every batch of samples. Then, use the Micro Dist standards as the calibration standards for the method used to determine the samples.

General procedure

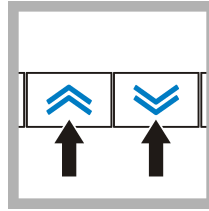
Set the temperature



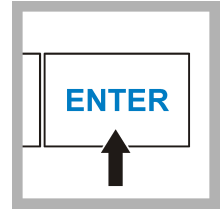
1. Turn the power switch on.



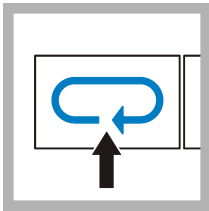
2. Push the loop key. The display flashes between "SP" and the temperature setting.



3. Use the UP and DOWN arrows to select the temperature. Refer to [Method information](#) on page 16 for the temperature setting.



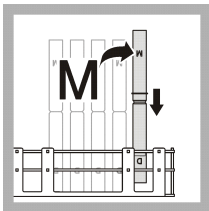
4. Push Enter.



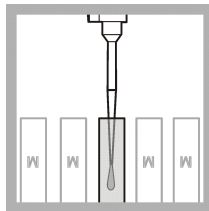
5. Push the loop key. The display shows the temperature of the heater block.

Prepare the collector tubes

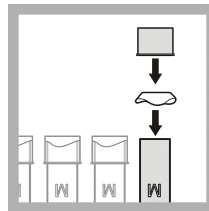
If pre-filled collector tubes are used, do only step 1.



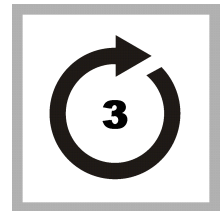
1. Put one collector tube in the rack with the M end up for each sample to distill.



2. Prepare the trapping solution if applicable. Refer to [Trapping solutions](#) on page 17. Put trapping solution in each collector tube.

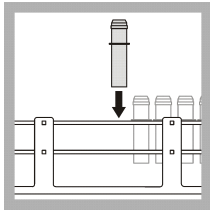


3. Put a cap membrane over a collector tube. Put a tube cap on the collector tube. Refer to [Figure 2](#) on page 6.

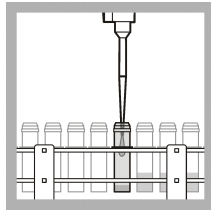


4. Do step 3 for each collector tube.

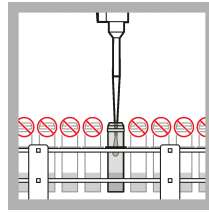
Assemble the tubes



1. Put the necessary number of sample tubes in the sample tube rack (up to 21).

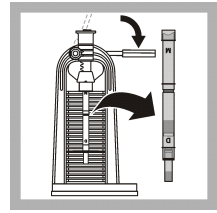


2. Put sample in each sample tube. Refer to [Method information](#) on page 16 for the quantity.

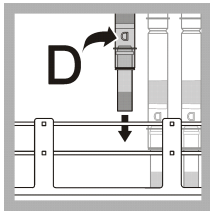


3. Add the releasing agent, neutralizing agent and/or buffer solution to one sample tube if applicable.

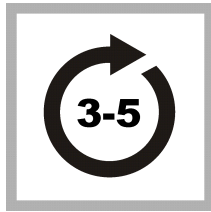
Refer to [Releasing agents](#) on page 18, [Neutralizing agents](#) on page 19 and [Buffer solutions](#) on page 19.



4. Assemble and compress the tube. Refer to [Compress the tube](#) on page 12.



5. Put the tube in the collector tube rack with the sample tube down.

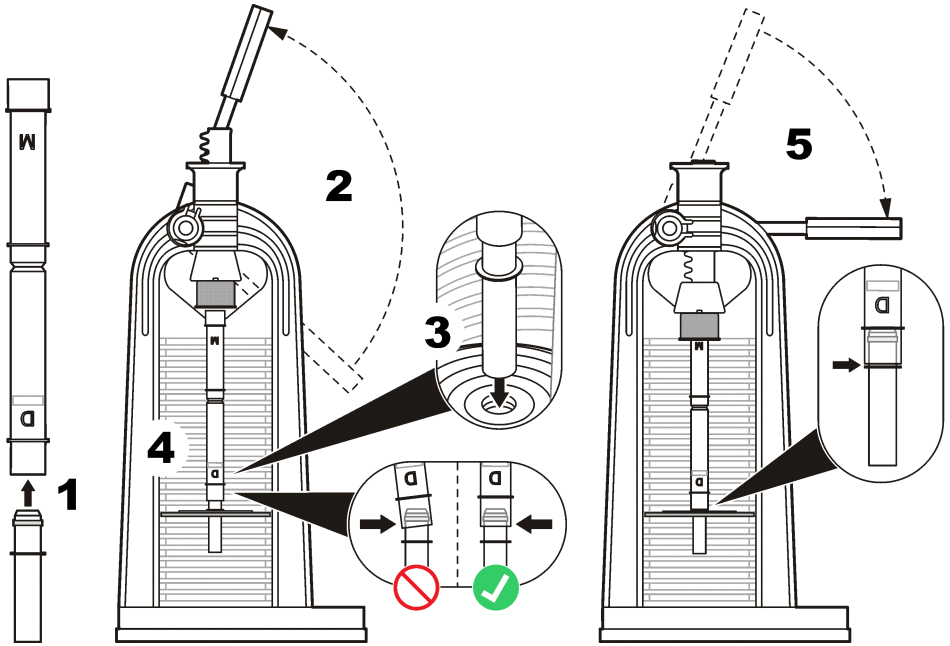


6. Do steps [3-5](#) for each sample tube.

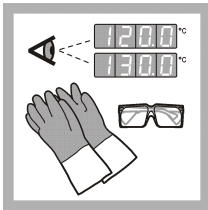
Compress the tube

Refer to [Figure 5](#) to compress the tube. Hold the middle of the collector tube securely with one hand while the tube is compressed.

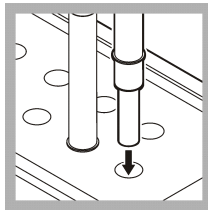
Figure 5 Compress the tube



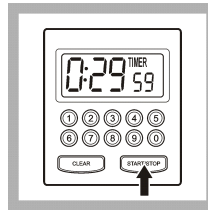
Distill the samples



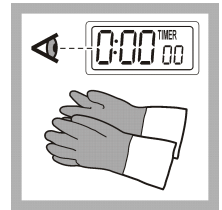
1. When the instrument temperature is at the temperature setting, put on heat-resistant gloves and safety glasses.



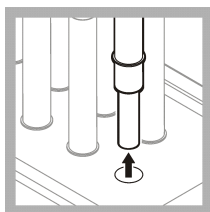
2. Push each tube assembly into a hole in the heater block. Push until the stop ring on the sample tube hits the heater block. Refer to [Figure 2](#) on page 6.



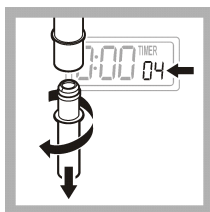
3. Take off the gloves. Set and start the timer. Refer to [Method information](#) on page 16 for the distillation time.



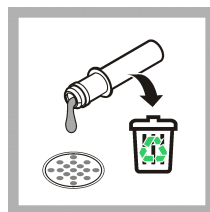
4. When the time has expired, put on the heat-resistant gloves.



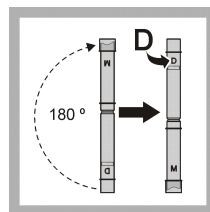
5. Remove one tube assembly from the heater block.



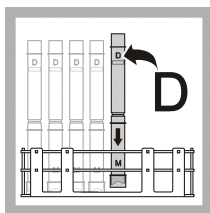
6. Within 4 seconds, pull down and twist the sample tube to remove it from the collector tube.



7. Discard the hot sample and the sample tube.



8. Invert the collector tube so that the D end is up.

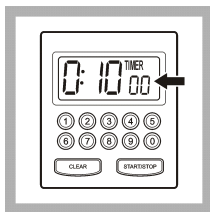


9. Put the collector tube in the collector tube rack.

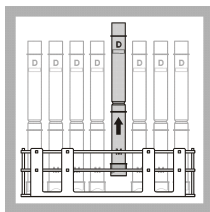


10. Do steps 5-9 until all the tubes are removed from the heater block. Then, take off the gloves.

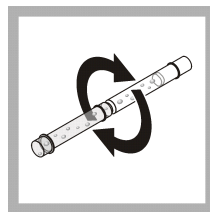
Collect the distilled samples



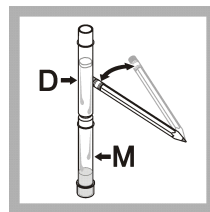
1. Let the tubes cool for at least 10 minutes.



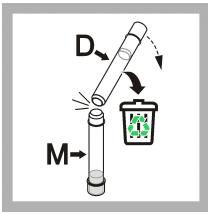
2. Remove a tube from the rack.



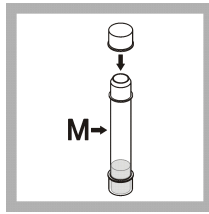
3. Hold the tube horizontally. Slowly roll the collector tube to collect drops on the sides of the tube.



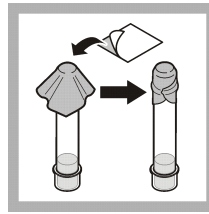
4. Hold the tube vertically with the D end up. Tap the sides of the collector tube as necessary to move drops down to the M end.



5. Break off the D end of the tube with hands. Discard the D end of the tube.



6. Put a cap on the tube.

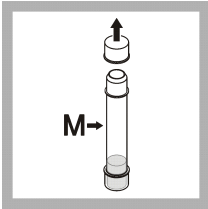


7. Put Parafilm® over the ends of the tube if the sample will not be used immediately.

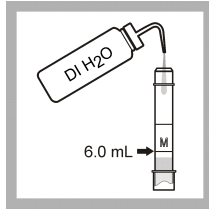
Dilute the distilled samples

For Tritium-1, add distilled sample and dilution water to the scintillation vials as necessary. Add scintillation cocktail and count. Refer to the instructions from the manufacturer.

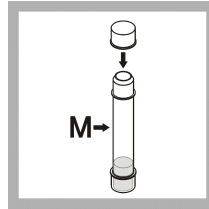
For the other methods:



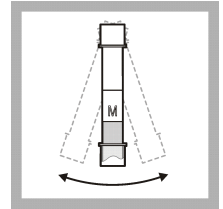
1. Remove the cap from a tube.



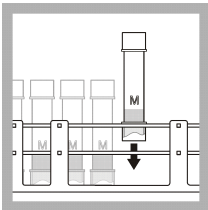
2. Add deionized water to the 6.0 mL mark on the tube.



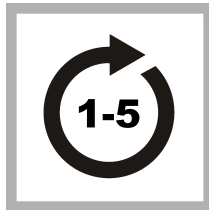
3. Put the cap on the tube.



4. Gently shake the tube side to side to mix. Do not invert the tube.



5. Put the tube in the rack with the M end down.



6. Do steps 1–5 for each tube.

Measure the sample

Measure the sample with the QuikChem Method or equivalent. Refer to [Methods of determination](#) on page 20.

There is enough distillate in each tube for two 25-second sample periods.

Method information

Method	Sample type	Range	Quantity	Temperature	Time
Cyanide-1	Free and Combined Cyanide/L	0.002–100 mg	Liquid sample or standard: 6.0 mL or 6 g	120 °C	30 min
Cyanide-2	Free and Combined Cyanide/L in caustic extract (1.25 M NaOH)	0.5–50 mg	Soil or sludge ¹ : 0.5 to 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water <i>Note: The amount of cyanide in the soil or sludge in 6 mL should be between about 0.012 and 600 µg.</i>		
Cyanide-3 (WAD)	Free and Weak Acid Dissociable (WAD) Cyanide/L	0.002–0.50 mg			
Cyanide-5	Free and Combined Cyanide/L in the presence of sulfide	0.05–50 mg			
Phenolics-1	Phenolics/L	0.002–50.0 mg	Liquid sample or standard: 6.0 mL or 6 g Soil or sludge ¹ : 0.5 to 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water Adjust to approximately pH 4 with 1 M NaOH or 10% H ₂ SO ₄	130 °C	90 min
Sulfide-1	Acid-soluble sulfide	0.2–50 mg/kg	Standard: 5.5 mL or 5.5 g Liquid sample: 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water Soil or sludge ¹ : 0.5 to 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water	120 °C	30 min
Sulfide-2	Acid-soluble sulfide/L	0.01–10.0 mg	Liquid sample or standard: 6.0 mL or 6 g Soil or sludge ¹ : 0.5 to 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water		

Method	Sample type	Range	Quantity	Temperature	Time
Ammonia-1: Phenate Method/ISE	N/L	0.010–2.0 mg	Liquid sample or standard: 6.0 mL or 6 g Soil or sludge ¹ : 0.5 to 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water	120 °C	30 min
Ammonia-2: Nesslerization Method	N/L	0.010–2.0 mg	Liquid sample or standard: 6.0 mL or 6 g Soil or sludge ¹ : 0.5 to 1.0 g mixed with 5 mL of deionized water		
Tritium-1	Volatile tritiated compounds <i>Note: If the sample is primarily oil, do not distill, but count directly with the scintillation counter.</i>	—	Liquid sample or standard: 6.0 mL or 6 g	120 °C	90 min

¹ Refer to [Distill a solid sample](#) on page 23 to identify the best weight of sample to add to each tube.

Trapping solutions

Methods not shown do not use a trapping solution.

Method	Trapping solution ¹	Preparation
Cyanide-1	1.5 mL or 1.55 g of 1.00 M standardized NaOH solution	—
Cyanide-2		
Cyanide-3 (WAD)		
Cyanide-5	1.5 mL or 1.55 g of trapping solution	Dissolve 0.80 g of PbCO ₃ in 1 L of 1.00 M standardized NaOH solution.
Sulfide-1	2.0 mL or 2.0 g of 0.043 M zinc acetate solution	Combine: <ul style="list-style-type: none"> • 8.78 g zinc acetate dihydrate • 0.10 g concentrated HCl • 880.0 g deionized water • 43.2 g of a 37% formaldehyde solution Mix well until dissolved.
Sulfide-2	1.5 mL or 1.55 g of 1.00 M standardized NaOH solution	—
Ammonia-1: Phenate Method/ISE	1.0 mL or 1.0 g of 0.016 M standardized sulfuric acid solution	—
Ammonia-2: Nesslerization Method	2.0 mL or 2.0 g of 0.13 M boric acid solution	Dissolve 8.0 g of boric acid in 995.0 g of deionized water.

¹ Other concentrations of standardized solution can be used. Adjust the amount added to each tube accordingly.

Releasing agents

Methods not shown do not use a releasing agent.

Method	Releasing agent	Preparation
Cyanide-1	0.75 mL of 7.11 M sulfuric acid / 0.79 M magnesium chloride solution	Refer to Prepare the releasing agent—Cyanide-1, -2 or -5 on page 18.
Cyanide-2		
Cyanide-5		
Cyanide-3 (WAD)	0.75 mL of 0.50 M zinc acetate/0.52 M sodium acetate/0.87 M acetic acid	Refer to Prepare the releasing agent—Cyanide-3 (WAD) on page 18.
Sulfide-1	0.45 mL of 9.0 M sulfuric acid solution <i>Note: When an unknown matrix is initially distilled, identify the amount of concentrated sulfuric acid necessary to decrease the sample pH to 1 or less. The volume necessary may be greater than 0.45 mL.</i>	Refer to Prepare the releasing agent—Sulfide-1 or -2 on page 18.
Sulfide-2		

Prepare the releasing agent—Cyanide-1, -2 or -5

Makes 200 mL of releasing agent.

1. In a fume hood, put a 500 mL beaker on a top-loading balance.
2. Set the balance to zero.
3. Add 110.8 g of deionized water.
4. Add and fully dissolve 32.2 g of magnesium chloride hexahydrate ($\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$).
5. Slowly add 139 g of concentrated sulfuric acid in increments of 40 g. Swirl and let cool between additions.
6. Let the solution cool to ambient temperature.
7. Put the solution in a closed container.

Prepare the releasing agent—Cyanide-3 (WAD)

Makes 1 L of releasing agent.

1. In a fume hood, put a 1 L container on a top-loading balance.
2. Set the balance to zero.
3. Add 950 g of deionized water.
4. Add and fully dissolve 70.97 g of sodium acetate trihydrate ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$).
5. Add and fully dissolve 100 g of zinc acetate monohydrate ($\text{ZnC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).
6. Add 52.5 g of glacial acetic acid ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$).
7. Put the solution in a closed container.

Prepare the releasing agent—Sulfide-1 or -2

Makes 300 mL of releasing agent.

1. In a fume hood, put a 500 mL beaker on a top-loading balance.
2. Set the balance to zero.
3. Add 150 g of deionized water.
4. Slowly add 276 g of concentrated sulfuric acid in increments of 40 g. Swirl and let cool between additions.
5. Let the solution cool to ambient temperature.
6. Put the solution in a closed container.

Neutralizing agents

Methods not shown do not use a neutralizing agent.

Method	Neutralizing agent
Cyanide-2	200 µL of concentrated H ₂ SO ₄

Buffer solutions

Methods not shown do not use a buffer solution.

Method	Buffer solution	Preparation
Ammonia-1: Phenate Method/ISE	Samples preserved with 2 mL concentrated sulfuric acid per liter: 1.0 mL of 0.025 M borate buffer (Na ₂ B ₄ O ₇). Buffer at pH 9.5 to decrease the hydrolysis of cyanates and organic nitrogen compounds.	Refer to Prepare the buffer solution—Ammonia-1 or -2 on page 19.
	Samples not preserved with acid: 0.75 mL of 0.011 M borate buffer (Na ₂ B ₄ O ₇) Buffer at pH 9.5 to decrease the hydrolysis of cyanates and organic nitrogen compounds.	
Ammonia-2: Nesslerization Method	0.75 mL of 0.011 M borate buffer (Na ₂ B ₄ O ₇) Buffer at pH 9.5 to decrease the hydrolysis of cyanates and organic nitrogen compounds.	
Tritium-1	1 or 2 drops of 10 M NaOH	—

Prepare the buffer solution—Ammonia-1 or -2

- Put a 1 L container on a top-loading balance.
- Set the balance to zero.
- Add 964 g of deionized water.
- Add and fully dissolve sodium borate (Na₂B₄O₇). Refer to [Table 3](#) for quantity.
- Add sodium hydroxide (NaOH). Refer to [Table 3](#) for quantity.
- Mix well.
- Put the solution in a closed container.


Table 3 Borate buffer information

Concentration	Sodium borate	Sodium hydroxide
0.025 M borate buffer	5 g (anhydrous)	22 g (solid)
	9.5 g (decahydrate, 10 H ₂ O)	22 g (solid)
0.011 M borate buffer	2.17 g (anhydrous)	36 mL of 0.1 M solution
	4.2 g (decahydrate, 10 H ₂ O)	36 mL of 0.1 M solution

Methods of determination


Method	Matrix and chemistry	Solution	QuikChem Method
Cyanide-1	Waters, solids, strong acid dissociable (SAD), total cyanide	Original sample volume, but now in 0.25 M NaOH	10-204-00-1-X or 10-204-00-1-X2
Cyanide-2	Caustic extracts, SAD, total cyanide		10-204-00-1-W
Cyanide-3 (WAD)	Waters, solids, weak acid dissociable (WAD)		10-204-00-1-WX
Cyanide-5	Waters, solids, SAD (total cyanide) in the presence of sulfide	Original sample volume, but now in 0.25 M NaOH and 0.8 mM Pb	10-204-00-1-X
Phenolics-1	Waters, solids, 4-AATP	—	10-210-00-1-X
Sulfide-1	Waters, iodometric determination	Original sample volume, but now in sulfide (ZnS)	No QuikChem Method Use an EPA Method: <ul style="list-style-type: none"> • SW-846 Method 9030, Revision 1 (Dec. 1987) • Method 376.1
Sulfide-2	Waters/MTB colorimetric determination	Original sample volume, but now in 0.25 M NaOH	10-116-29-1-X
Ammonia-1: Phenate Method/ISE	Waters, phenate colorimetric or ISE determination	Original sample volume, but now in 0.003 M sulfuric acid	10-107-06-1-X
Ammonia-2: Nesslerization Method	Waters, solids, Nesslerization	Original sample volume, but now in 0.043 M boric acid solution	No QuikChem Method. Use standard methods.
Tritium-1	Contaminated waters, solids	—	—

Maintenance

⚠ CAUTION	
	Multiple hazards. Only qualified personnel must conduct the tasks described in this section of the document.

NOTICE	
Do not disassemble the instrument for maintenance. If the internal components must be cleaned or repaired, contact the manufacturer.	

Clean the instrument

⚠ CAUTION	
	Burn hazard. Turn off power and allow the instrument to cool before this procedure.

▲ CAUTION



Fire hazard. Do not use flammable agents to clean the instrument.

▲ CAUTION



Chemical exposure hazard. Dispose of chemicals and wastes in accordance with local, regional and national regulations.

NOTICE

To prevent instrument damage, do not use cleaning agents such as turpentine, acetone or similar products to clean the instrument or the display.

Keep the instrument clean to get continuous and accurate operation.

1. Turn the power switch off.
2. Disconnect the power cord from the electrical outlet.
3. When the instrument is cool, clean the surface of the instrument with a soft, moist cloth and a weak soap solution.
4. Let the instrument fully dry before use.

Clean a spill

If a large amount of liquid gets in the heater block:

1. Disconnect the power cord from the electrical outlet.
2. Let the instrument cool.
3. Rinse the holes with water. Water drains out of the bottom of the instrument through the drain plate.
4. Let the instrument fully dry before use.

Replace the fuse

▲ DANGER



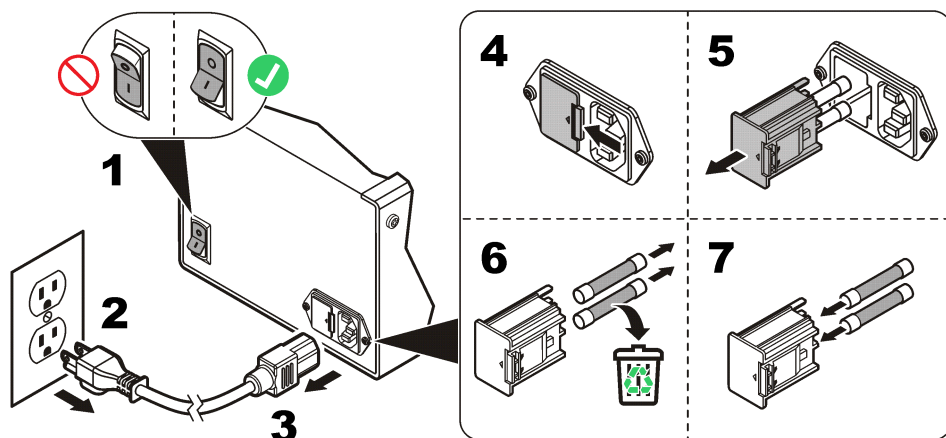
Fire hazard. Use the same type and current rating to replace fuses.

Fuse failure is typically caused by an instrument problem. If the fuse continues to fail, contact Customer Service.

Note: 100–115 VAC model: Although there are positions for two fuses, only the upper fuse in the fuse drawer is connected in the circuit. The lower fuse is used as a replacement and is not necessary.

Refer to [Figure 6](#) to replace the fuse.

Figure 6 Replace the fuse



Troubleshooting

Problem	Possible cause	Solution
Low or not consistent analyte recoveries	Tubes are not pushed fully into the heater block	Push tubes into the heater block until the stop ring on the sample tube hits the heater block.
	Too much NaOH was added to the samples	Lower the pH with sulfuric acid before distillation. <i>Note: If too much NaOH is added to samples, the amount of HCN in the samples is decreased.</i>
	Sample tubes were not removed immediately after distillation	Immediately remove the sample tubes from the tube assembly after distillation.
	Too much liquid was put in the sample tube which caused distilled sample to be pulled back into the sample tube	Use a calibrated pipette to dispense sample, releasing agent, neutralizing agent and/or buffer solution into the sample tube.
	A method expects a higher NaOH concentration so the samples give high recoveries	For method Cyanide-1, the method of determination which follows the distillation must anticipate both 6.0 mL samples and 0.25 M NaOH. For example, when using USEPA Method 335.2 and scaling down the reagent quantities, but the solution is diluted to 100 mL, color development will not occur. See the scaled-down version of this method for an example. Some "auto-analyzer" methods expect a different concentration of NaOH. If the undistilled standards used in these methods are not made up in 0.25 M NaOH, then there will be a matrix effect when the Micro Distilled samples, which are always in 0.25 M NaOH, are determined.
A method expects a lower NaOH concentration so the samples give low recoveries		
Large blanks in cyanide	Contaminated MgCl ₂	Use only 99.9999% pure or other ultra-pure grade. Use high quality grade (e.g., HPLC) of sulfuric acid when possible.
Sample boils too intensely in the sample tube	—	Add one Hengar granule or other small (ca. 1 mm diameter) boiling stone to the sample tube.

Problem	Possible cause	Solution
Results from the Micro Dist methods do not agree with other methods	Analytical method is not calibrated with the Micro Dist standards	Calibrate the analytical method with Micro Dist standards. If the recoveries get better for reference samples, use Micro Dist standards. Note: Analytical methods used after the distillation must be scaled down in proportion to the smaller Micro Dist sample.
Temperature of the block takes hours to get to the temperature set point	Instrument failure	When it takes more than 30–40 minutes for the instrument to increase to the temperature setting, contact Technical Support.
Collector tube cannot be broken	—	Use pruning shears or poultry scissors to cut the collector tube at the break point.
Foam and/or debris on the membrane	Soil or sludge sample is high in organics (i.e., grease or oils)	Use a smaller sample size or less deionized water. Refer to Distill a solid sample on page 23. Note: Foam wets the hydrophobic membrane which causes the membrane to let distilled sample back into the sample tube.

Distill a solid sample

Use different weights to identify the best weight of sample to add to each tube for each matrix type. If the sample is high in organic content, use only 0.5 g or less of sample. If the sample is low in organic content, use up to 1 g of sample.

Soil and sludge samples are diluted with deionized water. Calculate the amount of sample in mg/kg after analysis:

$$A = C \times ((1 \text{ L} / 1000 \text{ mL}) \times V)$$

$$B = A \text{ divided by } (W \times 1000 \text{ g/kg})$$

Where:

A = mg of analyte in the sample

B = mg of analyte per kg of sample (mg/kg)

C = determined concentration (mg/L)

V = dilution volume in tube (mL)

W = weight of the original sample (g)

If foam or debris continues to get on the collector tube membrane after the sample is decreased to 0.5 g:

1. Add 4–5 mL of deionized water instead of 6 mL to the sample tube.
2. Add activated charcoal to the sample tube so that it covers the surface of the solid.
3. Fill the empty space in the sample tube with glass wool.

Note: For soil or organic samples that contain cyanide, Biobeads™, manufactured by BIO-RAD, part number SM-2, are effective in laboratories.

Do a test on a known standard and a spiked sample that puts foam or debris on the membrane to identify if these procedures correct the problem.

Replacement parts and accessories

Note: Product and Article numbers may vary for some selling regions. Contact the appropriate distributor or refer to the company website for contact information.

Replacement parts

Description	Quantity	Item no.
Assembly press	1	17023L
Fuse, 15 A, 250 VAC, slow-blow	1	17085
Fuse, 6.3 A, 250 VAC, slow-blow	1	20210
Micro Dist, digital, 110 VAC	1	A17102
Pipette, 0.2–1.0 mL	1	BBP078
Pipette tips for BBP078	100	BBP079
Power cord, 115 VAC, 15 A	1	17040L
Power cord, 230 VAC, 10 A	1	31196
Tube, Micro Dist user-fill	10	A17017
Tube rack, 24 holes	1	2497903
Tube rack, 60 holes	1	2497901

Accessories

Description	Quantity	Item no.
Tube, Micro Dist user-fill	50	A17517
Tube, Micro Dist user-fill	100	A17117
Tube, Micro Dist user-fill for Ammonia-1 or -2 ¹	50	A17517A
Tube, Micro Dist user-fill for Ammonia-1 or -2 ¹	100	A17117A
Tube, Micro Dist pre-filled, for Cyanide-1, -2, -3 and Sulfide-2	21	A17001
Tube, Micro Dist pre-filled, for Phenolics-1	21	A17002
Tube, Micro Dist pre-filled, for Tritium-1	10	A17014

¹ Specially prepared for determination of NH₃.

Appendix

Cyanide-1 Method

USEPA Method 335.2 scaled-down

For 6.0 mL of micro distilled sample, the scale-down factor for this batch colorimetric method is 6/50 or 0.120. The changes suggested in apparatus or technique are [added in brackets]. The scale-down gives the same concentrations of reagents, sample and analyte from Section 8.7, p 335.2–4.

8.7 Withdraw 6.0 mL of the solution from the flask [collector tube] and transfer to a 20 mL erlenmeyer flask. Add 1.80 mL of sodium phosphate solution (7.6) and mix.

8.7.1 Pyridine-barbituric acid method: Add 0.24 mL of chloramine T (7.12) and mix. After one to two minutes, add 0.60 mL of pyridine-barbituric acid solution (7.13.1) and mix. [Add 3.36 mL of deionized water] and mix again. Allow eight minutes for color development, then read absorbance at 578 nm in a 1 cm cell within 15 minutes.

8.7.2 Pyridine-pyrazolone method: Add 0.060 mL of chloramine T (7.12) and mix. After one to two minutes add 0.60 mL of pyridine-pyrazolone solution (7.13.1) and mix. [Add 3.54 mL deionized water] and mix again. After 40 minutes read absorbance at 620 nm in a 1 cm cell.

Note: Some distillates can contain compounds that have a chlorine demand. One minute after the addition of chloramine T, measure for residual chlorine with KI-starch paper. If the test is negative, add an additional 0.060 mL of chloramine T. After one minute, measure the sample again.

Note: More than 0.060 mL of chloramine T will prevent the color from developing with pyridine-pyrazolone.

Equivalency of releasing agents

Method	Concentrations of releasing agents
Micro Dist Method Cyanide-1	0.75 mL of 7.11 M H ₂ SO ₄ is added to 6.0 mL of sample. This gives a sample concentration in H ₂ SO ₄ : $7.11 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 0.75 \text{ mL} / (6.0 \text{ mL} + 0.75 \text{ mL})$ = 0.79 M H ₂ SO ₄ This same solution is also 0.79 M in MgCl ₂ · 6 H ₂ O. This gives a concentration of: $0.79 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 0.75 \text{ mL} / (6.75 \text{ mL total})$ = (0.088 M MgCl ₂ · 6 H ₂ O)
USEPA Method 335.2	50 mL of 9 M (18 N) H ₂ SO ₄ is added to 500 mL of sample. This gives a sample concentration in H ₂ SO ₄ : $0.9 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 50 \text{ mL} / (500 \text{ mL} + 50 \text{ mL} + 20 \text{ mL})$ = 0.79 M H ₂ SO ₄ 20 mL of a 510 g MgCl ₂ · 6 H ₂ O/L (2.5 M) solution is also added to 500 mL of sample. This gives a concentration of: $2.5 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 20 \text{ mL} / (570 \text{ mL total})$ = (0.088 M MgCl ₂ · 6 H ₂ O)
USEPA Method 335.4	5 mL of 9 M (18 N) H ₂ SO ₄ is added to 50 mL of sample. This gives a sample concentration in H ₂ SO ₄ : $9 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 5 \text{ mL} / (50 \text{ mL} + 5 \text{ mL} + 2 \text{ mL})$ = 0.79 M H ₂ SO ₄ 2 mL of a 510 g MgCl ₂ · 6 H ₂ O/L (2.5 M) solution is also added to 50 mL of sample. This gives a concentration of: $2.5 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 2 \text{ mL} / (57 \text{ mL total})$ = (0.088 M MgCl ₂ · 6 H ₂ O)

Equivalency of trapping solutions

Method	Concentrations of trapping solutions
Micro Dist Method Cyanide-1	In the Micro Dist Method, 1.5 mL of 1.0 M NaOH becomes 6.0 mL solution after distillation and dilution to the mark: $1.0 \text{ M NaOH} \times (1.5 \text{ mL} / 6.0 \text{ mL}) = 0.25 \text{ M NaOH}$
USEPA Method 335.2	In the macro distillation, 50 mL of 1.25 M NaOH becomes 250 mL solution after distillation and dilution to the mark: $1.25 \text{ M NaOH} \times (50 \text{ mL} / 250 \text{ mL}) = 0.25 \text{ M NaOH}$
USEPA Method 335.4	In the macro distillation, 50 mL of 0.25 M NaOH stays undiluted.

Sulfide-2 Method

Comparison of the Micro Dist Sulfide-2 Method and the SW-846 Method 9030B, Revision 2

Both methods use a trapping solution which is 0.043 M in zinc acetate and contains 1.60% formaldehyde. The stock 37% formaldehyde solution contains 10–15% methanol. 2.0 mL of this trapping solution is in each Sulfide-1 collector tube.

Sources

Method	Sources
Cyanide-1	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 335.2. EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • APHA-AWWA-WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. (1998), Method 4500-CN-N., pp 4-0 to 4-34. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), Method 9010B, Revision 2, December 1996, "Total and Amenable Cyanide: Distillation". • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for the Determination of Inorganic Substances in Environmental Samples, Method 335.4. EPA/600/R-93, August 1993. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), Method 9213, Revision 0, December 1996, "Potentiometric determination of cyanide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrodes"
Cyanide-2	—
Cyanide-3 (WAD)	APHA-AWWA-WPCF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed., Method 4500-CN-N., pp 4-0 to 4-34.
Cyanide-5	—
Phenolics-1	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for the Determination of Inorganic Substances in Environmental Samples, Method 420.4. EPA/600/R-93/100, Revised August 1993. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), Method 9065, Revision 0, September 1986, "Phenolics."
Sulfide-1	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 376.1 (Titrimetric, Iodine), EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 376.2 (Colorimetric, Methylene Blue), EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9030B, Revision 2, December 1996, "Acid-soluble and acid-insoluble sulfides: distillation". • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9215, Revision 0, December 1996, "Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrode"
Sulfide-2	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 376.1 (Titrimetric, Iodine), EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9030B, Revision 2, December 1996, "Acid-soluble and acid-insoluble sulfides: distillation". • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9215, Revision 0, December 1996, "Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrode"
Ammonia-1: Phenate Method/ISE	APHA-AWWA-WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. (1998), Method 4500-NH3 D. to H., pp. 4-106 to 4-112.

Method	Sources
Ammonia–2: Nesslerization Method	—
Tritium–1	<ul style="list-style-type: none"> • DOE Method RP580 “Water distillation from soil and aqueous matrices using a microdistillation system for tritium determination”, from “DOE Methods for evaluating environmental and waste management samples”, DOE/EM–0089T, Rev 2, April 1995, U.S. Dept. of Energy. • S. Stieg, “A Miniature Membrane Tube for Rapid Parallel Distillation of Cyanide, Phenolics, Ammonia, Sulfide, Methylmercury, and Tritium from Waters and Solids”, American Environmental Laboratory, v9, no. 10, Nov–Dec 1997, pp10–11.

Table des matières

[Caractéristiques](#) à la page 28

[Généralités](#) à la page 28

[Installation](#) à la page 32

[Interface utilisateur et navigation](#) à la page 33

[Fonctionnement](#) à la page 34

[Maintenance](#) à la page 46

[Dépannage](#) à la page 48

[Pièces de rechange et accessoires](#) à la page 49

[Annexe](#) à la page 50

Caractéristiques

Les caractéristiques techniques peuvent être modifiées sans préavis.

Caractéristique	Détails
Dimensions (l x P x H)	72 x 17 x 15 cm (28,3 x 6,7 x 5,9 po)
Boîtier	Aluminium
Poids	20 kg (45 lb)
Sécurité	Laboratoire 61010-1, 61010-2-010 (normes de sécurité UL, CSA, EN)
Degré de pollution/catégorie de l'installation	2 ; II
Classe de protection	I
Alimentation requise	100–115 V CA, 50/60 Hz, 9–11 A 230 V CA, 50/60 Hz, 5 A
Fusible	100–115 V CA : 15 A, 250 V CA, à action retardée 230 V CA : 6,3 A, 250 V CA, à action retardée
Environnement d'exploitation	Température : 5 à 40 °C (41 à 104 °F) Humidité : 92,5 % max., sans condensation
Taille de l'échantillon	Capacité de 6 ml par tube Micro Dist
Capacité de l'échantillon	21 tubes Micro Dist
Matériau des tubes	Polypropylène pur de niveau analytique
Plage de température	30 à 135 °C (86 à 275 °F)
Précision de la température	±0,5 °C (0,9 °F)
Variation de température (orifice à orifice)	Moins de ±0,5 °C (0,9 °F)
Erreur de réglage du contrôleur	Moins de 1 % par rapport à la température définie
Certifications	Modèle 100–115 V CA : normes de sécurité UL et CSA (repère cETLus) Modèle 230 V CA : CE

Généralités

En aucun cas le constructeur ne saurait être responsable des dommages directs, indirects, spéciaux, accessoires ou consécutifs résultant d'un défaut ou d'une omission dans ce manuel. Le constructeur se réserve le droit d'apporter des modifications à ce manuel et aux produits décrits à tout moment, sans avertissement ni obligation. Les éditions révisées se trouvent sur le site Internet du fabricant.

Consignes de sécurité

AVIS

Le fabricant décline toute responsabilité quant aux dégâts liés à une application ou un usage inappropriés de ce produit, y compris, sans toutefois s'y limiter, des dommages directs ou indirects, ainsi que des dommages consécutifs, et rejette toute responsabilité quant à ces dommages dans la mesure où la loi applicable le permet. L'utilisateur est seul responsable de la vérification des risques d'application critiques et de la mise en place de mécanismes de protection des processus en cas de défaillance de l'équipement.

Veillez lire l'ensemble du manuel avant le déballage, la configuration ou la mise en fonctionnement de cet appareil. Respectez toutes les déclarations de prudence et d'attention. Le non-respect de cette procédure peut conduire à des blessures graves de l'opérateur ou à des dégâts sur le matériel.

Assurez-vous que la protection fournie avec cet appareil n'est pas défaillante. N'utilisez ni n'installez cet appareil d'une façon différente de celle décrite dans ce manuel.

Interprétation des indications de risques

▲ DANGER

Indique une situation de danger potentiel ou imminent qui, si elle n'est pas évitée, entraîne des blessures graves, voire mortelles.

▲ AVERTISSEMENT

Indique une situation de danger potentiel ou imminent qui, si elle n'est pas évitée, peut entraîner des blessures graves, voire mortelles.

▲ ATTENTION





Indique une situation de danger potentiel qui peut entraîner des blessures mineures ou légères.

AVIS

Indique une situation qui, si elle n'est pas évitée, peut occasionner l'endommagement du matériel. Informations nécessitant une attention particulière.

Étiquettes de mise en garde

Lisez toutes les informations et toutes les étiquettes apposées sur l'appareil. Des personnes peuvent se blesser et le matériel peut être endommagé si ces instructions ne sont pas respectées. Un symbole sur l'appareil est référencé dans le manuel et accompagné d'une déclaration de mise en garde.

	Le matériel électrique portant ce symbole ne doit pas être mis au rebut dans les réseaux domestiques ou publics européens. Retournez le matériel usé ou en fin de vie au fabricant pour une mise au rebut sans frais pour l'utilisateur.
	Si l'appareil comporte ce symbole, reportez-vous au manuel d'utilisation pour consulter les informations de fonctionnement et de sécurité.
	Ce symbole, s'il figure sur le produit, indique l'emplacement d'un fusible ou d'un dispositif limiteur de courant.
	Ce symbole indique que l'élément signalé peut être chaud et que des précautions doivent être prises avant de le toucher.

Certification

Règlement canadien sur les équipements causant des interférences radio, IECS-003, Classe A:

Les données d'essai correspondantes sont conservées chez le constructeur.

Cet appareil numérique de classe A respecte toutes les exigences du Règlement sur le matériel brouilleur du Canada.

Cet appareil numérique de classe A répond à toutes les exigences de la réglementation canadienne sur les équipements provoquant des interférences.

FCC part 15, limites de classe A :

Les données d'essai correspondantes sont conservées chez le constructeur. L'appareil est conforme à la partie 15 de la réglementation FCC. Le fonctionnement est soumis aux conditions suivantes :

1. Cet équipement ne peut pas causer d'interférence nuisible.
2. Cet équipement doit accepter toutes les interférences reçues, y compris celles qui pourraient entraîner un fonctionnement inattendu.

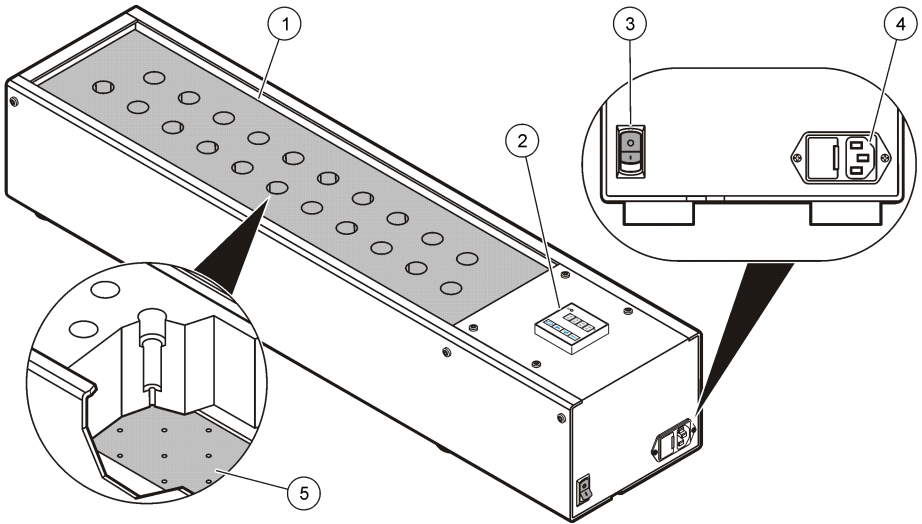
Les modifications de cet équipement qui n'ont pas été expressément approuvées par le responsable de la conformité aux limites pourraient annuler l'autorité dont l'utilisateur dispose pour utiliser cet équipement. Cet équipement a été testé et déclaré conforme aux limites définies pour les appareils numériques de classe A, conformément à la section 15 de la réglementation FCC. Ces limites ont pour but de fournir une protection raisonnable contre les interférences néfastes lorsque l'équipement fonctionne dans un environnement commercial. Cet équipement génère, utilise et peut irradier l'énergie des fréquences radio et, s'il n'est pas installé ou utilisé conformément au mode d'emploi, il peut entraîner des interférences dangereuses pour les communications radio. Le fonctionnement de cet équipement dans une zone résidentielle risque de causer des interférences nuisibles, dans ce cas l'utilisateur doit corriger les interférences à ses frais. Les techniques ci-dessous peuvent permettre de réduire les problèmes d'interférences :

1. Débrancher l'équipement de la prise de courant pour vérifier s'il est ou non la source des perturbations
2. Si l'équipement est branché sur le même circuit de prises que l'appareil qui subit des interférences, branchez l'équipement sur un circuit différent.
3. Éloigner l'équipement du dispositif qui reçoit l'interférence.
4. Repositionner l'antenne de réception du périphérique qui reçoit les interférences.
5. Essayer plusieurs des techniques ci-dessus à la fois.

Présentation du produit

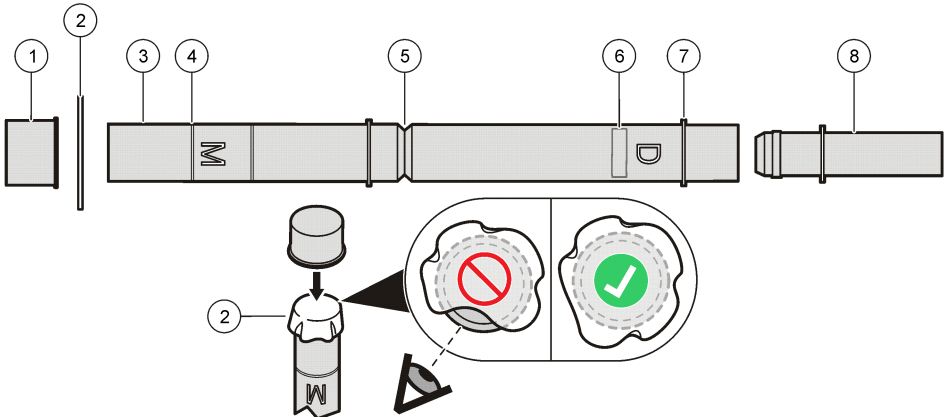
Cet instrument est utilisé avec des tubes Micro Dist[®] pour supprimer les solutions à analyser volatiles des échantillons liquides ou solides grâce à la distillation. Reportez-vous à la [Figure 1](#) et au [Figure 2](#). Cet instrument est conçu pour être utilisé uniquement à l'intérieur.

Figure 1 Présentation de l'instrument



1 Bloc chauffant	3 Interrupteur marche/arrêt	5 Plaque de vidange (sous le bloc chauffant)
2 Ecran et clavier	4 Connecteur d'alimentation	

Figure 2 Vue du tube Micro Dist

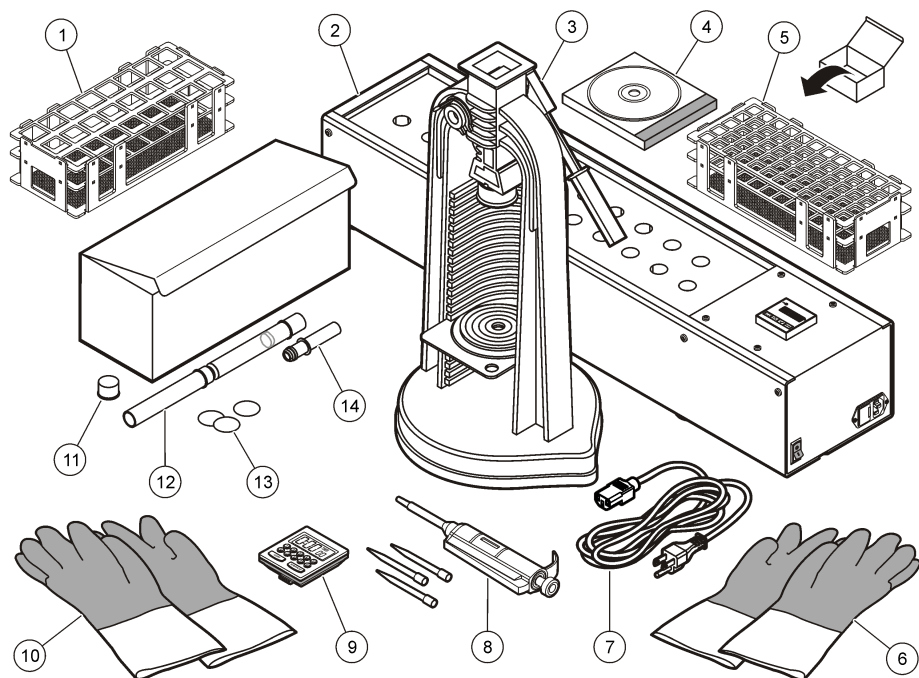


1 Capuchon du tube	4 Repère 6 ml	7 Bague de butée
2 Membrane du capuchon	5 Point de rupture	8 Tuyau d'échantillon
3 Tube collecteur	6 Membrane du tube collecteur	

Composants du produit

Assurez-vous d'avoir bien reçu tous les composants. Voir [Figure 3](#). Si des éléments manquent ou sont endommagés, contactez immédiatement le fabricant ou un représentant commercial.

Figure 3 Composants de l'instrument



1 Rack de tubes collecteurs	8 Pipette
2 Micro Dist ¹	9 Minuterie
3 Presse d'assemblage	10 Gants résistants à la chaleur, taille L
4 CD contenant les instructions	11 Capuchon de tube (10 x)
5 Rack de tubes d'échantillons	12 Tube collecteur à remplir par l'utilisateur ² (10 x)
6 Gants résistants à la chaleur, taille M	13 Membranes de capuchon (20 x)
7 Cordon d'alimentation	14 Tube d'échantillon (10 x)

¹ A17102 comprend uniquement le bloc Micro Dist et un cordon d'alimentation.

² Non utilisable avec la méthode Ammonia-1 ou -2. Reportez-vous à la section [Accessoires](#) à la page 50.

Installation

Assemblage des racks de tubes

Reportez-vous aux instructions d'assemblage fournies avec les racks de tubes.

Branchement du cordon d'alimentation

▲ DANGER



Risque d'électrocution Un raccordement à la terre est nécessaire.

⚠ DANGER



Risque d'électrocution et d'incendie. Fixez le cordon d'alimentation de sorte qu'il n'entre pas en contact avec des surfaces chaudes.

⚠ DANGER



Risque d'incendie et de choc électrique. Les cordons d'alimentation remplacés doivent présenter les caractéristiques suivantes :

- Présenter le style adéquat pour la connexion à la prise
- Présenter des caractéristiques électriques conformes à la tension d'alimentation et au courant. Voyez les exigences reprises dans la section Spécifications.
- Être conformes aux exigences du code électrique local ou les dépasser.

⚠ AVERTISSEMENT



Risque de blessures corporelles. Les instruments ou les composants sont lourds. Ne pas installer ou déplacer seul.

AVIS

Laissez un espace d'au moins 15 cm autour de l'instrument pour éviter tout endommagement dû à la chaleur sur les objets à proximité de l'instrument et pour vous assurer que le débit d'air autour de l'instrument est suffisant.

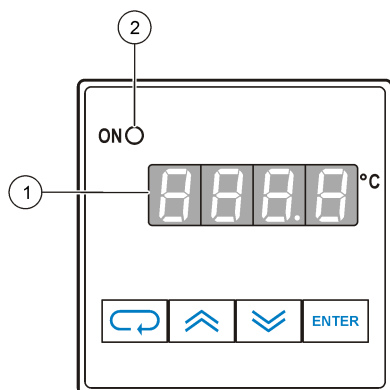
Cet instrument peut être utilisé jusqu'à une altitude de 2 000 m (6 562 pieds). Son utilisation à une altitude supérieure à 2 000 m peut légèrement augmenter le risque de défaillance de l'isolation, et entraîner un risque de choc électrique. Le fabricant conseille aux utilisateurs ayant des questions de contacter l'assistance technique.

1. Placer l'appareil sur une surface plane, stable et résistante à la chaleur. Ne placez pas l'instrument à la lumière directe du soleil.
2. Branchez le cordon d'alimentation au connecteur d'alimentation. Voir [Figure 1](#) à la page 31.
3. Branchez le cordon d'alimentation à une prise électrique avec mise à la terre.

Interface utilisateur et navigation

[Figure 4](#) illustre l'écran et le clavier de l'instrument. [Tableau 1](#) indique les fonctions des touches.




Figure 4 Ecran et clavier



1 Température du bloc chauffant (°C)

2 Voyant de chauffage

Tableau 1 Fonctions des touches

Touche	Fonction
	Indique ou modifie le paramètre de température.
	Augmente la valeur.
	Diminue la valeur.
ENTER	Enregistre la modification.

Fonctionnement

▲ AVERTISSEMENT



Risque d'exposition chimique. Respectez les procédures de sécurité du laboratoire et portez tous les équipements de protection personnelle adaptés aux produits chimiques que vous manipulez. Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) à jour pour connaître les protocoles de sécurité applicables.



▲ AVERTISSEMENT



Risque d'inhalation de gaz Manipulez l'appareil dans une hotte afin d'éviter toute exposition à des gaz toxiques.

▲ AVERTISSEMENT



Risque d'explosion Afin de prévenir toute augmentation de la pression dans les tubes durant la distillation, ne couvrez pas l'orifice d'aération des capuchons des tubes.

⚠ AVERTISSEMENT



Risque d'explosion Un échantillon chaud dans un tube peut entraîner une explosion si de la mousse ou des débris entrent en contact avec la membrane pendant la distillation.

⚠ ATTENTION



Risque d'incendie. Ce produit n'est pas adapté à l'utilisation avec des liquides inflammables.

⚠ ATTENTION



Dangers multiples. Seul le personnel qualifié doit effectuer les tâches détaillées dans cette section du document.

Reportez-vous à la section [Dépannage](#) à la page 48 si de la mousse ou des débris touchent la membrane pendant la distillation.

Informations sur les gaz nocifs

En règle générale, les méthodes Micro Dist ne libèrent pas de gaz nocifs mais cela peut se produire en cas de défaillance. Reportez-vous à la section [Tableau 2](#) pour connaître les gaz susceptibles d'être libérés lors de l'utilisation de la méthode Micro Dist.

Tableau 2 Informations sur les gaz nocifs dans le cadre de l'application de méthodes spécifiques

Méthode	Gaz	Seuil de concentration d'exposition autorisé (par mg/m ³)
Cyanide-1	Cyanide (HCN)	5 mg
Cyanide-2	Cyanide (HCN)	5 mg
Cyanide-3 (WAD)	Cyanide (HCN)	5 mg
Cyanide-5	Cyanide (HCN)	5 mg
Phenolics-1	Phenol (C ₆ H ₅ OH)	19 mg
Sulfide-1	Sulfure d'hydrogène (H ₂ S)	15 mg
Sulfide-2	Sulfure d'hydrogène (H ₂ S)	15 mg
Ammonia-1	Ammonia (NH ₃)	35 mg
Ammonia-2	Ammonia (NH ₃)	35 mg
Tritium-1	Tritium (³ H)	—

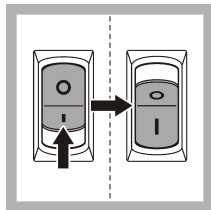
Notes de préparation

- Environ 40 minutes sont nécessaires pour que l'instrument atteigne la température définie.
- Pour les méthodes à très faible concentration, comme l'ammoniaque, rincez les tubes collecteurs avec de l'eau déminéralisée avant utilisation.
- Utilisez des tubes collecteurs d'ammoniaque uniquement avec les méthodes Micro Dist d'ammoniaque. En règle générale, les tubes collecteurs d'ammoniaque constituent un blanc d'ammoniaque de 0,015 mg ou 15 ppb N/l dans 6 ml de distillat. Assurez-vous de distiller les étalons d'étalonnage et tous les échantillons avec les tubes d'ammoniaque.
- Utilisez des tubes remplissables par l'utilisateur le même jour que leur remplissage avec une solution de piégeage.

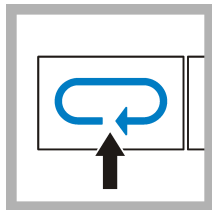
- Conservez les tubes pré-remplis dans l'emballage, jusqu'à leur utilisation. Utilisez les tubes pré-remplis dans un délai de 2 semaines après ouverture de l'emballage. Notez sur l'emballage la date à laquelle il a été ouvert.
- Ne placez pas de tubes collecteurs dans un réfrigérateur car le froid provoque la diminution de la membrane du tube collecteur. La solution de piégeage peut alors se propager autour de la membrane du tube collecteur.
- Pour les méthodes avec du cyanure, distillez toujours les étalons avec les échantillons.
- Le fabricant recommande que l'utilisateur distille un ensemble d'étalons au moins une fois par jour ou à chaque lot d'échantillons. Ensuite, utilisez les étalons Micro Dist comme étalons d'étalonnage pour la méthode utilisée pour déterminer les échantillons.

Procédure générale

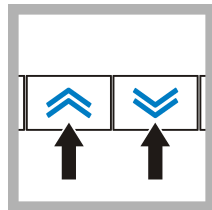
Réglez la température



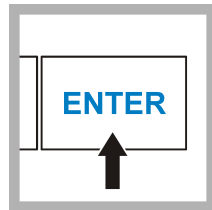
1. Mettez l'instrument sous tension.



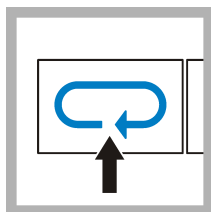
2. Appuyez sur la touche en forme de boucle.
L'écran affiche alternativement « SP » et le paramètre de température.



3. Utilisez les flèches HAUT et BAS pour sélectionner la température. Reportez-vous à la section [Informations sur la méthode](#) à la page 41 pour définir la température.



4. Appuyez sur **Enter** (Entrée).

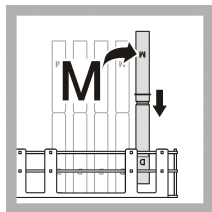


5. Appuyez sur la touche en forme de boucle.

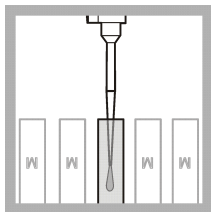
L'écran indique la température du bloc chauffant.

Préparation des tubes collecteurs

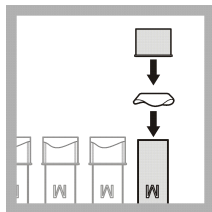
Si des tubes collecteurs pré-remplis sont utilisés, effectuez uniquement l'étape 1.



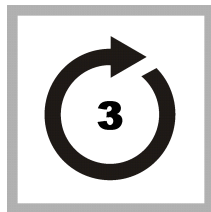
1. Placez un tube collecteur dans le rack avec le M en haut pour chaque échantillon à distiller.



2. Préparez la solution de piégeage, le cas échéant. Voir [Solutions de piégeage](#) à la page 42. Placez la solution de piégeage dans chaque tube collecteur.

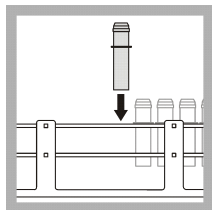


3. Placez une membrane de capuchon sur un tube collecteur. Placez un capuchon sur le tube collecteur. Voir [Figure 2](#) à la page 31.

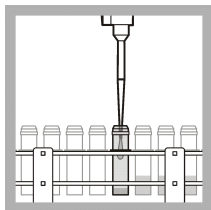


4. Effectuez l'étape 3 pour chaque tube collecteur.

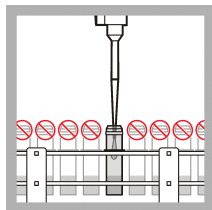
Assemblage des tubes



1. Placez le nombre nécessaire de tubes d'échantillons dans le rack de tubes d'échantillons (jusqu'à 21).

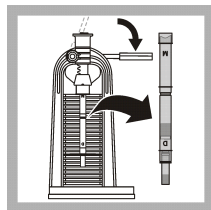


2. Placez un échantillon dans chaque tube d'échantillon. Reportez-vous à la section [Informations sur la méthode](#) à la page 41 pour connaître la quantité.

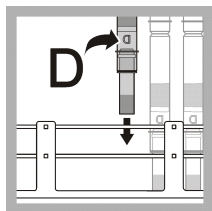


3. Ajoutez l'agent de libération, l'agent de neutralisation et/ou la solution tampon dans l'un des tubes d'échantillons, le cas échéant.

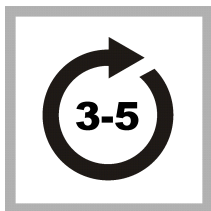
Reportez-vous à [Agents de libération](#) à la page 43, [Agents de neutralisation](#) à la page 44 et [Solutions tampon](#) à la page 44.



4. Assemblez et compressez le tube. Voir [Compression du tube](#) à la page 38.



5. Placez le tube dans le rack de tubes collecteurs en positionnant le tube d'échantillon à l'envers.

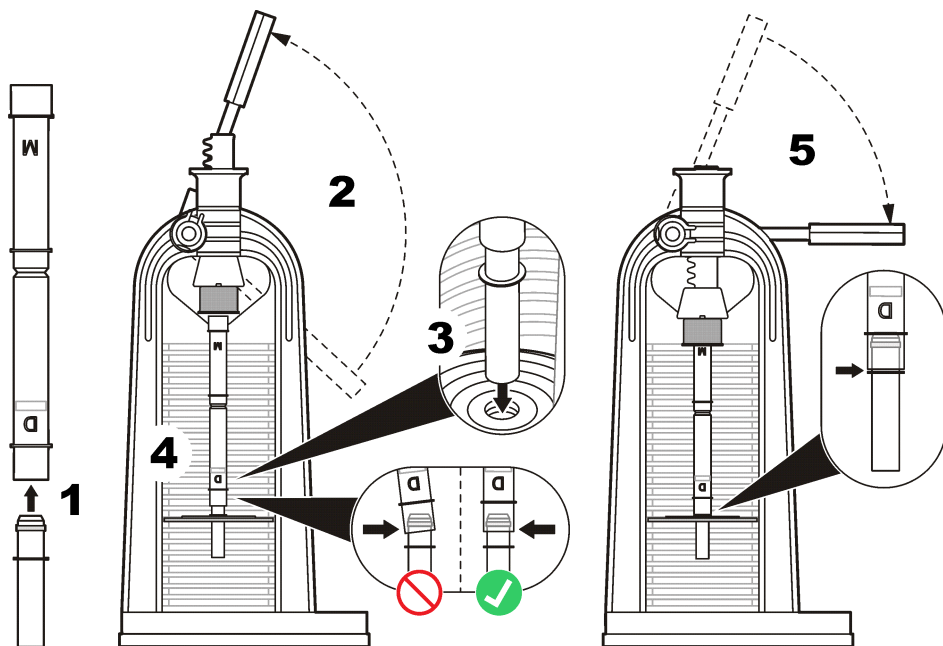


6. Effectuez les étapes 3 à 5 pour chaque tube d'échantillon.

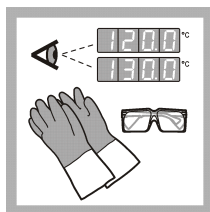
Compression du tube

Reportez-vous à la section [Figure 5](#) pour compresser le tube. Maintenez fermement la partie centrale du tube collecteur avec une main tandis que le tube est comprimé.

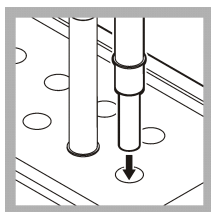
Figure 5 Compression du tube



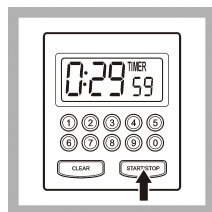
Distillation des échantillons



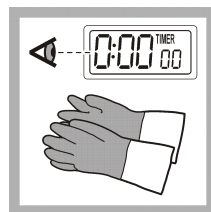
1. Lorsque la température de l'instrument correspond à la température définie, mettez des gants résistants à la chaleur et des lunettes de sécurité.



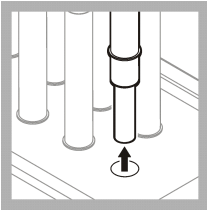
2. Placez chaque assemblage de tube dans un orifice du bloc chauffant. Poussez jusqu'à ce que la bague de butée du tube d'échantillon atteigne le bloc chauffant. Voir [Figure 2](#) à la page 31.



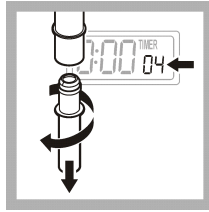
3. Retirez les gants. Définissez et lancez la minuterie. Reportez-vous à la section [Informations sur la méthode](#) à la page 41 pour connaître la durée de distillation.



4. Une fois le temps de distillation expiré, mettez les gants résistants à la chaleur.



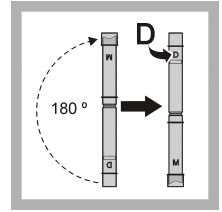
5. Retirez un assemblage de tube du bloc chauffant.



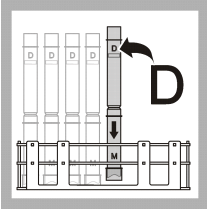
6. Dans un délai de 4 secondes, dévissez le tube d'échantillon vers le bas pour le retirer du tube collecteur.



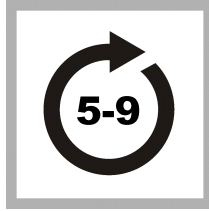
7. Retirez l'échantillon chaud et le tube d'échantillon.



8. Inversez le tube collecteur pour le D soit en haut.

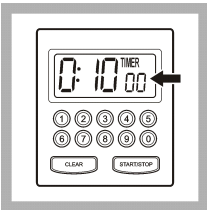


9. Placez le tube collecteur dans le rack de tubes collecteurs.

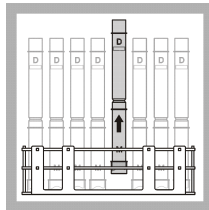


10. Effectuez les étapes 5 à 9 jusqu'à ce que tous les tubes soient retirés du bloc chauffant. Ensuite, retirez les gants.

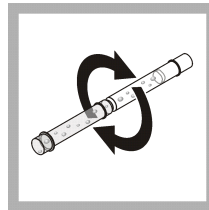
Collection des échantillons distillés



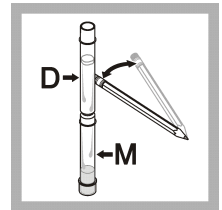
1. Laissez les tubes refroidir pendant au moins 10 minutes.



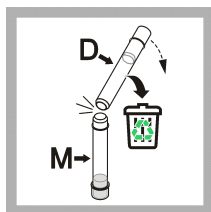
2. Retirez un tube du rack.



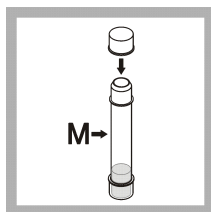
3. Maintenez le tube horizontalement. Faites tourner doucement le tube collecteur pour recueillir les gouttes sur les parois du tube.



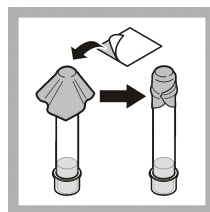
4. Maintenez le tube verticalement avec le D en haut. Tapez sur les parois du tube collecteur pour faire descendre les gouttes vers le M.



5. Cassez l'extrémité D du tube avec les mains. Jetez l'extrémité D du tube.



6. Placez un capuchon sur le tube.

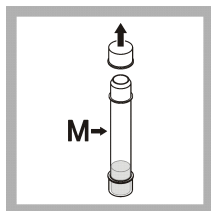


7. Placez du Parafilm® sur les extrémités du tube si l'échantillon n'est pas utilisé immédiatement.

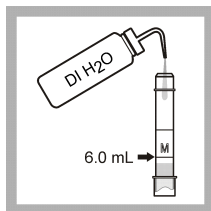
Dilution des échantillons distillés

Pour la méthode Tritium-1, ajoutez un échantillon distillé et de l'eau de dilution dans les fioles de scintillation, si nécessaire. Ajoutez un mélange de scintillation et comptez. Reportez-vous aux instructions du fabricant.

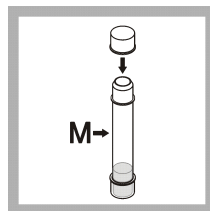
Pour les autres méthodes :



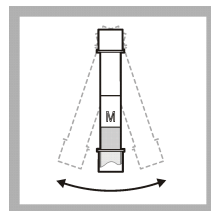
1. Retirez le capuchon d'un tube.



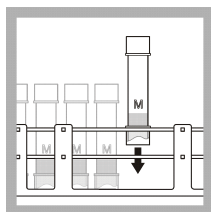
2. Ajoutez de l'eau déminéralisée jusqu'au repère 6 ml du tube.



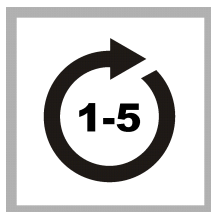
3. Placez le capuchon sur le tube.



4. Secouez doucement le tube pour mélanger. N'inversez pas le tube.



5. Placez le tube dans le rack avec le M en bas.



6. Effectuez les étapes 1 à 5 pour chaque tube.

Mesure de l'échantillon

Mesurez l'échantillon avec la méthode QuikChem ou un équivalent. Voir [Méthodes de détermination](#) à la page 45.

Chaque tube contient suffisamment de distillat pour deux périodes d'échantillonnage de 25 secondes.

Informations sur la méthode

Méthode	Type d'échantillon	Plage de mesures	Quantité	Température	Time (Durée)
Cyanide-1	Cyanure/l libre et combiné	0,002 à 100 mg	Echantillon liquide ou étalon : 6 mL ou 6 g	120 °C	30 min
Cyanide-2	Cyanure/l libre ou combiné dans un extrait caustique (1,25 M NaOH)	0,5 à 50 mg	Terre ou boue ¹ : 0,5 à 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée <i>Remarque : La quantité de cyanure dans la terre ou la boue dans 6 ml doit se trouver entre 0,012 et 600 µg.</i>		
Cyanide-3 (WAD)	Cyanure/l facilement libérable (WAD, Weak Acid Dissociable) ou libre	0,002 à 0,50 mg			
Cyanide-5	Cyanure/l libre et combiné en présence de sulfure	0,05 à 50 mg			
Phenolics-1	Phenolics/l	0,002 à 50 mg	Echantillon liquide ou étalon : 6 mL ou 6 g Terre ou boue ¹ : 0,5 à 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée Procédez à un ajustement pour atteindre environ pH 4 avec 1 M NaOH ou 10 % H ₂ SO ₄	130 °C	90 min
Sulfide-1	Sulfure d'acide soluble	0,2 à 50 mg/kg	Standard: 5,5 ml ou 5,5 g Echantillon liquide : 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée Terre ou boue ¹ : 0,5 à 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée	120 °C	30 min
Sulfide-2	Sulfure/l d'acide soluble	0,01 à 10 mg	Echantillon liquide ou étalon : 6 mL ou 6 g Terre ou boue ¹ : 0,5 à 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée		

Méthode	Type d'échantillon	Plage de mesures	Quantité	Température	Time (Durée)
Ammonia-1 : méthode phenate/ISE	N/I	0,010 à 2 mg	Echantillon liquide ou étalon : 6 mL ou 6 g Terre ou boue ¹ : 0,5 à 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée	120 °C	30 min
Ammonia-2 : méthode de nesslerisation	N/I	0,010 à 2 mg	Echantillon liquide ou étalon : 6 mL ou 6 g Terre ou boue ¹ : 0,5 à 1 g mélangé à 5 ml d'eau déminéralisée		
Tritium-1	Composés tritiés volatiles <i>Remarque : Si l'échantillon contient principalement de l'huile, ne procédez pas à la distillation mais comptez directement avec le compteur de scintillation.</i>	—	Echantillon liquide ou étalon : 6 mL ou 6 g	120 °C	90 min

¹ Reportez-vous à la section [Distillation d'un échantillon solide](#) à la page 49 pour déterminer le poids idéal de l'échantillon à ajouter à chaque tube.

Solutions de piégeage

Les méthodes non indiquées n'utilisent pas de solution de piégeage.

Méthode	Solution de piégeage ¹	Préparation
Cyanide-1	1,5 ml ou 1,55 g de solution NaOH standardisée à 1 M	—
Cyanide-2		
Cyanide-3 (WAD)		
Cyanide-5	1,5 ml ou 1,55 g de la solution de piégeage	Dissolvez 0,80 g de PbCO ₃ dans 1 litre de la solution NaOH standardisée à 1 M.
Sulfide-1	2 ml ou 2 g de solution d'acétate de zinc à 0,043 M	Combinez : <ul style="list-style-type: none"> • 8,78 g de dihydrate d'acétate de zinc • 0,10 g de HCl concentré • 880 g d'eau déminéralisée • 43,2 g d'une solution de formaldéhyde à 37 % Mélangez jusqu'à dissolution.
Sulfide-2	1,5 ml ou 1,55 g de solution NaOH standardisée à 1 M	—

Méthode	Solution de piégeage ¹	Préparation
Ammonia-1 : méthode phenate/ISE	1 ml ou 1 g de solution d'acide sulfurique standardisée à 0,016 M	—
Ammonia-2 : méthode de nesslerisation	2 ml ou 2 g de solution d'acide borique à 0,13 M	Dissolvez 8 g d'acide borique dans 995 g d'eau déminéralisée.

¹ D'autres concentrations de solutions standardisées peuvent être utilisées. Ajustez en conséquence la quantité ajoutée à chaque tube.

Agents de libération

Les méthodes non indiquées n'utilisent pas d'agents de libération.

Méthode	Agent de libération	Préparation
Cyanide-1	0,75 ml d'acide sulfurique à 7,11 M / solution de chlorure de magnésium à 0,79 M	Voir Préparation de l'agent de libération – Cyanide-1, -2 ou -5 à la page 43.
Cyanide-2		
Cyanide-5		
Cyanide-3 (WAD)	0,75 ml d'acétate de zinc à 0,50 M / acétate de sodium à 0,52 M / acide acétique à 0,87 M	Voir Préparation de l'agent de libération – Cyanide-3 (WAD) à la page 43.
Sulfide-1	0,45 ml de solution d'acide sulfurique à 9 M <i>Remarque : Lorsqu'une matrice inconnue est initialement distillée, déterminez la quantité d'acide sulfurique concentré nécessaire pour diminuer le pH de l'échantillon à 1 ou moins. Le volume nécessaire peut être supérieur à 0,45 ml.</i>	Voir Préparation de l'agent de libération – Sulfide-1 ou -2 à la page 43.
Sulfide-2		

Préparation de l'agent de libération – Cyanide-1, -2 ou -5

Fabrique 200 ml d'agent de libération.

1. Sous une hotte, placez un bécher de 500 ml sur une balance à chargement par le haut.
2. Définissez la balance sur zéro.
3. Ajoutez 110,8 g d'eau déminéralisée.
4. Ajoutez et dissolvez entièrement 32,2 g d'hexahydrate de chlorure de magnésium ($\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$).
5. Ajoutez doucement 139 g d'acide sulfurique concentré par incréments de 40 g. Agitez et laissez refroidir entre les ajouts.
6. Laissez la solution refroidir à température ambiante.
7. Placez la solution dans un récipient fermé.

Préparation de l'agent de libération – Cyanide-3 (WAD)

Fabrique 1 l d'agent de libération.

1. Sous une hotte, placez un récipient de 1 l sur une balance à chargement par le haut.
2. Définissez la balance sur zéro.
3. Ajoutez 950 g d'eau déminéralisée.
4. Ajoutez et dissolvez entièrement 70,97 g de trihydrate d'acétate de sodium ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$).
5. Ajoutez et dissolvez entièrement 100 g de monohydrate d'acétate de zinc ($\text{ZnC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).
6. Ajoutez 52,5 g d'acide acétique glacé ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$).
7. Placez la solution dans un récipient fermé.

Préparation de l'agent de libération – Sulfide-1 ou -2

Fabrique 300 ml d'agent de libération.

1. Sous une hotte, placez un bécher de 500 ml sur une balance à chargement par le haut.
2. Définissez la balance sur zéro.
3. Ajoutez 150 g d'eau déminéralisée.
4. Ajoutez doucement 276 g d'acide sulfurique concentré par incréments de 40 g. Agitez et laissez refroidir entre les ajouts.
5. Laissez la solution refroidir à température ambiante.
6. Placez la solution dans un récipient fermé.

Agents de neutralisation

Les méthodes non indiquées n'utilisent pas d'agents de neutralisation.

Méthode	Agent de neutralisation
Cyanide-2	200 µL de H ₂ SO ₄ concentré

Solutions tampon

Les méthodes non indiquées n'utilisent pas de solution tampon.

Méthode	Solution tampon	Préparation
Ammonia-1 : méthode phenate/ISE	Echantillons préservés avec 2 ml d'acide sulfurique concentré par litre : 1,0 ml de solution tampon de borate à 0,025 M (Na ₂ B ₄ O ₇). Une solution tampon au pH 9,5 diminue l'hydrolyse des cyanates et des composés azotés organiques.	Voir Préparation de la solution tampon – Ammonia-1 ou 2 à la page 44.
	Echantillons non préservés avec de l'acide : 0,75 ml de solution tampon de borate à 0,011 M (Na ₂ B ₄ O ₇). Une solution tampon au pH 9,5 diminue l'hydrolyse des cyanates et des composés azotés organiques.	
Ammonia-2 : méthode de nesslerisation	0,75 ml de solution tampon de borate à 0,011 M (Na ₂ B ₄ O ₇). Une solution tampon au pH 9,5 diminue l'hydrolyse des cyanates et des composés azotés organiques.	
Tritium-1	1 ou 2 gouttes de 10 M NaOH	—

Préparation de la solution tampon – Ammonia-1 ou 2

1. Placez un récipient d'un litre sur une balance à chargement par le haut.
2. Définissez la balance sur zéro.
3. Ajoutez 964 g d'eau déminéralisée.
4. Ajoutez et dissolvez intégralement du borate de sodium (Na₂B₄O₇). Reportez-vous à la section [Tableau 3](#) pour connaître la quantité.
5. Ajoutez de l'hydroxyde de sodium (NaOH). Reportez-vous à la section [Tableau 3](#) pour connaître la quantité.
6. Bien mélanger.
7. Placez la solution dans un récipient fermé.

Tableau 3 Informations sur la solution tampon de borate

Concentration	Borate de sodium	Hydroxyde de sodium
Solution tampon de borate à 0,025 M	5 g (anhydre)	22 g (solide)
	9,5 g (décahydrate, 10 H ₂ O)	22 g (solide)
Solution tampon de borate à 0,011 M	2,17 g (anhydre)	36 ml de solution à 0,1 M
	4,2 g (décahydrate, 10 H ₂ O)	36 ml de solution à 0,1 M

Méthodes de détermination

Méthode	Matrice et chimie	Solution	Méthode QuikChem
Cyanide-1	Eaux, solides, difficilement libérable (SAD, Strong Acid Dissociable), total de cyanure	Volume d'échantillon d'origine, mais désormais à 0,25 M NaOH	10-204-00-1-X ou 10-204-00-1-X2
Cyanide-2	Extraits caustiques, SAD, total de cyanure		10-204-00-1-W
Cyanide-3 (WAD)	Eaux, solides, facilement libérable (WAD, Weak Acid Dissociable)		10-204-00-1-WX
Cyanide-5	Eaux, solides, SAD (total de cyanure) en présence de sulfure	Volume d'échantillon d'origine, mais désormais à 0,25 M NaOH et 0,8 mM Pb	10-204-00-1-X
Phenolics-1	Eaux, solides, 4-AATP	—	10-210-00-1-X
Sulfide-1	Eaux, détermination iodométrique	Volume d'échantillon d'origine, mais désormais en sulfure (ZnS)	Aucune méthode QuikChem Utilisation d'une méthode EPA : <ul style="list-style-type: none"> • Méthode SW-846, 9030, révision 1 (déc. 1987) • Méthode 376.1
Sulfide-2	Eaux/détermination colorimétrique (bleu de méthylthymol)	Volume d'échantillon d'origine, mais désormais à 0,25 M NaOH	10-116-29-1-X
Ammonia-1 : méthode phenate/ISE	Eaux, détermination ISE ou colorimétrique phenate	Volume d'échantillon d'origine, mais désormais à 0,003 M d'acide sulfurique	10-107-06-1-X
Ammonia-2 : méthode de nesslerisation	Eaux, solides, nesslerisation	Volume d'échantillon d'origine, mais désormais à 0,043 M de solution d'acide borique	Aucune méthode QuikChem. Utilisez les méthodes standard.
Tritium-1	Eaux contaminées, solides	—	—

Maintenance

⚠ ATTENTION



Dangers multiples. Seul le personnel qualifié doit effectuer les tâches détaillées dans cette section du document.

AVIS

Ne pas démonter l'appareil pour entretien. Si les composants internes doivent être nettoyés ou réparés, contactez le fabricant.

Nettoyage de l'instrument

⚠ ATTENTION



Risque de brûlure. Débranchez l'appareil et laissez-le refroidir avant d'effectuer cette procédure.

⚠ ATTENTION



Risque d'incendie. Ne pas utiliser d'agents inflammables pour nettoyer l'appareil.

⚠ ATTENTION



Risque d'exposition chimique. Mettez au rebut les substances chimiques et les déchets conformément aux réglementations locales, régionales et nationales.

AVIS

Afin de ne pas endommager l'instrument, n'utilisez aucun agent de nettoyage comme la térébenthine, l'acétone ou tout autre produit similaire pour nettoyer l'instrument ou l'écran.

Maintenir l'appareil propre pour garantir un fonctionnement continu et correct.

1. Mettez l'instrument hors tension.
2. Débranchez le cordon d'alimentation de la prise électrique.
3. Une fois l'appareil refroidi, nettoyer la surface de l'appareil à l'aide d'un chiffon doux et humide, imbibé d'une solution savonneuse non détergente.
4. Laissez sécher entièrement l'instrument avant de l'utiliser.

Nettoyage d'un déversement

Si une grande quantité de liquide se déverse dans le bloc chauffant :

1. Débranchez le cordon d'alimentation de la prise électrique.
2. Laissez refroidir l'instrument.
3. Rincez les orifices avec de l'eau. L'eau est extraite par le bas de l'instrument via une plaque de vidange.
4. Laissez sécher entièrement l'instrument avant de l'utiliser.

Remplacement du fusible

⚠ DANGER



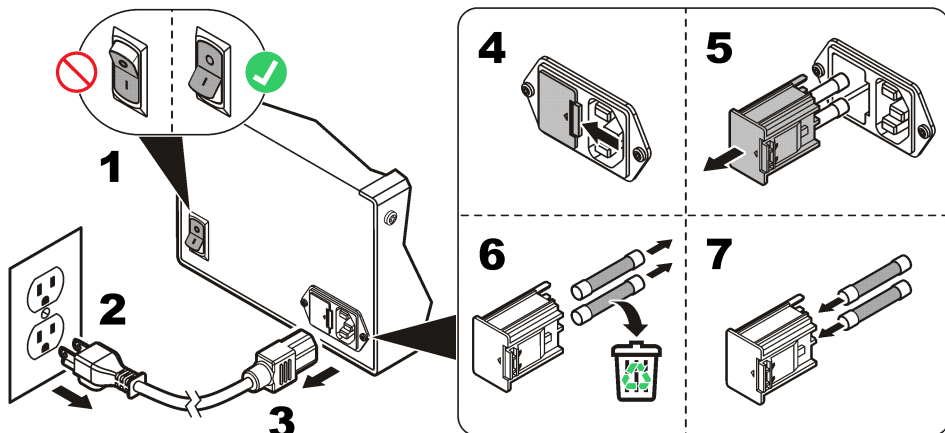
Risque d'incendie. Remplacez les fusibles par des fusibles de même type et de même calibre.

Une défaillance de fusible est en règle générale provoquée par un problème au niveau de l'instrument. Si la défaillance de fusible persiste, contactez le service client.

Remarque : Modèle 100 à 115 V CA : bien qu'il existe des positions pour deux fusibles, seul le fusible supérieur dans le tableau à fusibles est connecté au circuit. Le fusible inférieur est utilisé en tant que pièce de rechange et n'est pas nécessaire.

Reportez-vous à la section [Figure 6](#) pour remplacer le fusible.

Figure 6 Remplacement du fusible



Dépannage

Problème	Cause possible	Solution
Récupération de la solution à analyser faible ou non cohérente	Les tubes ne sont pas poussés entièrement dans le bloc chauffant	Poussez les tubes dans le bloc chauffant jusqu'à ce que la bague de butée du tube d'échantillon atteigne le bloc chauffant.
	Trop de NaOH ajouté aux échantillons	Diminuez le pH avec de l'acide sulfurique avant distillation. <i>Remarque</i> : Si trop de NaOH est ajouté aux échantillons, la quantité de HCN dans les échantillons est réduite.
	Les tubes d'échantillon n'ont pas été retirés immédiatement après distillation	Retirez immédiatement les tubes d'échantillons de l'assemblage de tubes après distillation.
	Trop de liquide a été inséré dans le tube d'échantillon, ce qui a provoqué la réintégration de l'échantillon distillé dans le tube d'échantillon	Utilisez une pipette étalonnée pour répartir l'échantillon, l'agent de libération, l'agent de neutralisation et/ou la solution tampon dans le tube d'échantillon.
	Une méthode prévoit une concentration plus élevée de NaOH pour que les échantillons engendrent des récupérations plus élevées	Pour la méthode Cyanide-1, la méthode de détermination qui suit la distillation doit anticiper les échantillons de 6 ml et de 0,25 M NaOH. Par exemple, lors de l'utilisation de la méthode USEPA - 335.2 et la diminution des quantités de réactif, mais avec dilution de la solution à 100 ml, la fixation de couleur ne se produit pas. Consultez la version diminuée de cette méthode pour exemple.
	Une méthode prévoit une concentration moins élevée de NaOH pour que les échantillons engendrent des récupérations moins élevées	Certaines méthodes d'auto-analyse prévoient une concentration différente de NaOH. Si les étalons non distillés utilisés dans ces méthodes ne sont pas fabriqués en NaOH à 0,25 M, un effet de matrice se produit lorsque les échantillons Micro Dist (toujours en NaOH à 0,25 M) sont déterminés.
Blancs larges en cyanure	MgCl ₂ contaminé	A utiliser uniquement pur à 99,9999 % ou à un autre niveau de pureté extrême. Utilisez si possible un niveau haute qualité (par ex. HPLC) d'acide sulfurique.
L'échantillon boue trop intensément dans le tube d'échantillon	—	Ajoutez une granule Hengar ou une autre pierre d'ébullition (environ 1 mm de diamètre) au tube d'échantillon.
Les résultats des méthodes Micro Dist ne correspondent pas aux autres méthodes	La méthode analytique n'est pas étalonnée avec les étalons Micro Dist	Étalonnez la méthode analytique avec les étalons Micro Dist. Si le taux de récupération est plus élevé pour les échantillons de référence, utilisez les étalons Micro Dist. <i>Remarque</i> : Les méthodes analytiques utilisées après la distillation doivent être réduites proportionnellement à l'échantillon Micro Dist plus petit.
Plusieurs heures peuvent s'avérer nécessaires pour que le bloc atteigne la température définie	Défaillance de l'instrument	Si l'instrument met plus de 30 à 40 minutes pour atteindre la température définie, contactez le support technique.

Problème	Cause possible	Solution
Le tube collecteur ne peut pas être cassé	—	Utilisez un sécateur ou des ciseaux pour couper le tube collecteur au niveau du point de rupture.
Mousse et/ou débris sur la membrane	L'échantillon de terre ou de boue contient beaucoup de matières organiques (par ex., graisse ou huiles)	Utilisez un échantillon plus petit ou moins d'eau déminéralisée. Voir Distillation d'un échantillon solide à la page 49. Remarque : La mousse humidifie la membrane hydrophobique, ce qui provoque la réintégration de l'échantillon distillé dans le tube d'échantillon.

Distillation d'un échantillon solide

Utilisez différents poids pour déterminer le poids d'échantillon idéal à ajouter à chaque tube pour chaque type de matrice. Si la teneur en matières organiques de l'échantillon est élevée, utilisez uniquement 0,5 g ou moins d'échantillon. Si la teneur en matières organiques de l'échantillon est faible, utilisez jusqu'à 1 g d'échantillon.

Les échantillons de terre et de boue sont dilués avec de l'eau déminéralisée. Calculez la quantité d'échantillon en mg/kg après analyse :

$$A = C \times ((1 \text{ l} / 1000 \text{ ml}) \times V)$$

$$B = A \text{ divisé par } (P \times 1000 \text{ g/kg})$$

Où :

A = mg de la solution à analyser dans l'échantillon

B = mg de la solution à analyser par kg d'échantillon (mg/kg)

C = concentration déterminée (mg/l)

V = volume de dilution dans le tube (ml)

P = poids de l'échantillon d'origine (g)

Si de la mousse ou des débris continuent à s'accumuler sur la membrane du tube collecteur après que l'échantillon est descendu à 0,5 g :

1. Ajoutez 4 à 5 ml d'eau déminéralisée au lieu de 6 ml dans le tube d'échantillon.
2. Ajoutez du charbon activé dans le tube d'échantillon de façon à recouvrir le solide.
3. Remplissez l'espace vide dans le tube d'échantillon avec de la laine de verre.

Remarque : Pour les échantillons de terre ou organiques qui contiennent du cyanure, les Biobeads™ fabriqués par BIO-RAD (numéro de référence SM-2) sont efficaces en laboratoire.

Effectuez un test sur un étalon connu et un échantillon enrichi qui génère de la mousse ou des débris sur la membrane afin de déterminer si ces procédures corrigent le problème.

Pièces de rechange et accessoires

Remarque : Les numéros de référence de produit et d'article peuvent dépendre des régions de commercialisation. Prenez contact avec le distributeur approprié ou consultez le site web de la société pour connaître les personnes à contacter.

Pièces de rechange

Description	Quantité	Article No.
Presse d'assemblage	1	17023L
Fusible, 15 A, 250 V CA, à action retardée	1	17085
Fusible, 6,3 A, 250 V CA, à action retardée	1	20210
Micro Dist, numérique, 110 V CA	1	A17102

Pièces de rechange (suite)

Description	Quantité	Article No.
Pipette, 0,2 à 1 ml	1	BBP078
Conseils relatifs aux pipettes pour le BBP078	100	BBP079
Cordon d'alimentation, 115 V CA, 15 A	1	17040L
Cordon d'alimentation, 230 V CA, 10 A	1	31196
Tube, Micro Dist à remplissage par l'utilisateur	10	A17017
Rack de tubes, 24 orifices	1	2497903
Rack de tubes, 60 orifices	1	2497901

Accessoires

Description	Quantité	Article n°
Tube, Micro Dist à remplissage par l'utilisateur	50	A17517
Tube, Micro Dist à remplissage par l'utilisateur	100	A17117
Tube, Micro Dist à remplissage par l'utilisateur pour Ammonia-1 ou -2 ¹	50	A17517A
Tube, Micro Dist à remplissage par l'utilisateur pour Ammonia-1 ou -2 ¹	100	A17117A
Tube, Micro Dist pré-rempli, pour Cyanide-1, -2, -3 et Sulfide-2	21	A17001
Tube, Micro Dist pré-rempli, pour Phenolics-1	21	A17002
Tube, Micro Dist pré-rempli, pour Tritium-1	10	A17014

¹ Préparé spécialement pour la détermination de NH₃.

Annexe

Méthode Cyanide-1

Méthode USEPA, 335.2 réduit

Pour 6 ml d'échantillon Micro Dist, le facteur réducteur pour cette méthode de colorimétrie par lot est de 6/50 ou 0,120. Les modifications suggérées dans l'appareil ou les techniques sont [ajoutées entre crochets]. La réduction donne les mêmes concentrations de réactifs, d'échantillons et de solutions à analyser depuis la section 8.7, p 335.2–4.

8.7 Retirez 6 ml de la solution du flacon [tube collecteur] et transférez jusqu'à un flacon erlenmeyer de 20 ml. Ajoutez 1,80 ml de solution de phosphate de sodium (7.6) et mélangez.

8.7.1 Mélange d'acide pyridine-barbiturique : ajoutez 0,24 ml de chloramine-T (7.12) et mélangez. Après une ou deux minutes, ajoutez 0,60 ml de solution d'acide pyridine-barbiturique (7.13.1) et mélangez. [Ajoutez 3,36 ml d'eau déminéralisée] et mélangez à nouveau. Attendez huit minutes jusqu'à fixation de la couleur, ensuite relevez l'absorption à 578 nm dans une cellule de 1 cm dans un délai de 15 minutes.

8.7.2 Méthode pyridine-pyrazolone : ajoutez 0,060 ml de chloramine-T (7.12) et mélangez. Après une ou deux minutes, ajoutez 0,60 ml de solution d'acide pyridine-pyrazolone (7.13.1) et mélangez. [Ajoutez 3,54 ml d'eau déminéralisée] et mélangez à nouveau. Après 40 minutes, relevez l'absorption à 620 nm dans une cellule de 1 cm.

Remarque : Certaines solutions à analyser peuvent contenir des composés présentant une demande en chlore. Une minute après l'ajout de chloramine-T, mesurez le chlore résiduel avec un papier KI-starch. Si le test est négatif, ajoutez encore 0,060 ml de chloramine-T. Après une minute, mesurez à nouveau l'échantillon.

Remarque : Plus de 0,060 ml de chloramine-T empêche la fixation de couleur avec la pyridine-pyrazolone.

Equivalence des agents de libération

Méthode	Concentrations des agents de libération
Méthode Micro Dist, Cyanide-1	<p>0,75 ml d'une solution à 7,11 M de H₂SO₄ est ajouté à 6 ml d'échantillon. En résulte une concentration d'échantillon en H₂SO₄ :</p> $7,11 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 0,75 \text{ ml} / (6 \text{ ml} + 0,75 \text{ ml})$ $= 0,79 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ <p>Cette même solution correspond également à 0,79 M en MgCl₂ · 6 H₂O. En résulte une concentration de :</p> $0,79 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 0,75 \text{ ml} / (6,75 \text{ ml au total})$ $= (0,088 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O})$
Méthode USEPA, 335.2	<p>50 ml d'une solution à 9 M (18 N) de H₂SO₄ sont ajoutés à 500 ml d'échantillon. En résulte une concentration d'échantillon en H₂SO₄ :</p> $0,9 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 50 \text{ ml} / (500 \text{ ml} + 50 \text{ ml} + 20 \text{ ml})$ $= 0,79 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ <p>20 ml d'une solution de 510 g MgCl₂ · 6 H₂O/L (2,5 M) sont également ajoutés à 500 ml d'échantillon. En résulte une concentration de :</p> $2,5 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 20 \text{ ml} / (570 \text{ ml au total})$ $= (0,088 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O})$
Méthode USEPA, 335.4	<p>5 ml d'une solution à 9 M (18 N) de H₂SO₄ sont ajoutés à 50 ml d'échantillon. En résulte une concentration d'échantillon en H₂SO₄ :</p> $9 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 5 \text{ ml} / (50 \text{ ml} + 5 \text{ ml} + 2 \text{ ml})$ $= 0,79 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ <p>2 mL d'une solution de 510 g MgCl₂ · 6 H₂O/L (2,5 M) sont également ajoutés à 50 ml d'échantillon. En résulte une concentration de :</p> $2,5 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 2 \text{ ml} / (57 \text{ ml au total})$ $= (0,088 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O})$

Equivalence des solutions de piégeage

Méthode	Concentrations des solutions de piégeage
Méthode Micro Dist, Cyanide-1	<p>Avec la méthode Micro Dist, 1,5 ml d'une solution à 1 M de NaOH devient une solution de 6 ml après distillation et dilution jusqu'au repère :</p> $1 \text{ M NaOH} \times (1,5 \text{ ml} / 6 \text{ mL}) = 0,25 \text{ M NaOH}$
Méthode USEPA, 335.2	<p>Lors d'une distillation macro, 50 ml d'une solution à 1,25 M de NaOH deviennent une solution de 250 ml après distillation et dilution jusqu'au repère :</p> $1,25 \text{ M NaOH} \times (50 \text{ ml} / 250 \text{ ml}) = 0,25 \text{ M NaOH}$
Méthode USEPA, 335.4	<p>Lors d'une distillation macro, 50 ml d'une solution à 0,25 M de NaOH restent non dilués.</p>

Méthode Sulfide-2

Comparaison des méthodes Micro Dist Sulfide-2 et SW-846 9030B, révision 2

Les deux méthodes utilisent une solution de piégeage à 0,043 M d'acétate de zinc et qui contient 1,60 % de formaldéhyde. La solution mère de formaldéhyde à 37 % contient 10-15 % de méthanol. 2 ml de cette solution de piégeage sont contenus dans chaque tube collecteur Sulfide-1.

Sources

Méthode	Sources
Cyanide-1	<ul style="list-style-type: none"> Agence de protection environnementale américaine, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, méthode 335.2, EPA-600, 4-79-020, révisé en mars 1983. APHA-AWWA-WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20e édition. (1998), méthode 4500-CN-N., pp 4-0 à 4-34. Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), méthode 9010B, révision 2, décembre 1996, « Total and Amenable Cyanide: Distillation ». Agence de protection environnementale américaine, Methods for the Determination of Inorganic Substances in Environmental Samples, méthode 335.4. EPA/600/R-93, août 1993. Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), méthode 9213, révision 0, décembre 1996, « Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrodes »
Cyanide-2	—
Cyanide-3 (WAD)	APHA-AWWA-WPCF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20e édition, méthode 4500-CN-N., pp 4-0 à 4-34.
Cyanide-5	—
Phenolics-1	<ul style="list-style-type: none"> Agence de protection environnementale américaine, Methods for the Determination of Inorganic Substances in Environmental Samples, méthode 420.4. EPA/600/R-93/100, révisée en août 1993. Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), méthode 9065, révision 0, septembre 1986, « Phenolics ».
Sulfide-1	<ul style="list-style-type: none"> Agence de protection environnementale américaine, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, méthode 376.1 (titrimétrie, iode), EPA-600, 4-79-020, révisé en mars 1983. Agence de protection environnementale américaine, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, méthode 376.2 (colorimétrie, bleu de méthylène), EPA-600, 4-79-020, révisé en mars 1983. Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846), méthode 9030B, révision 2, décembre 1996, « Acid-soluble and acid-insoluble sulfides: distillation ». Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846), méthode 9215, révision 0, décembre 1996, « Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrode »
Sulfide-2	<ul style="list-style-type: none"> Agence de protection environnementale américaine, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, méthode 376.1 (titrimétrie, iode), EPA-600, 4-79-020, révisé en mars 1983. Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846), méthode 9030B, révision 2, décembre 1996, « Acid-soluble and acid-insoluble sulfides: distillation ». Agence de protection environnementale américaine, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846), méthode 9215, révision 0, décembre 1996, « Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrode »
Ammonia-1 : méthode phenate/ISE	APHA-AWWA-WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20e édition. (1998), méthode 4500-NH3 D.to H., pp. 4-106 à 4-112.

Méthode	Sources
Ammonia-2 : méthode de nesslerisation	—
Tritium-1	<ul style="list-style-type: none"> • Méthode DOE RP580 « Water distillation from soil and aqueous matrices using a microdistillation system for tritium determination », de « DOE Methods for evaluating environmental and waste management samples », DOE/EM-0089T, rév. 2, avril 1995, département américain de l'énergie. • S. Stieg, « A Miniature Membrane Tube for Rapid Parallel Distillation of Cyanide, Phenolics, Ammonia, Sulfide, Methylmercury, and Tritium from Waters and Solids », laboratoire environnemental américain, v9, n° 10, nov.-déc. 1997, pp10-11.

Contenido

[Especificaciones](#) en la página 54

[Información general](#) en la página 54

[Instalación](#) en la página 58

[Interfaz del usuario y navegación](#) en la página 59

[Funcionamiento](#) en la página 60

[Mantenimiento](#) en la página 71

[Solución de problemas](#) en la página 73

[Piezas de repuesto y accesorios](#) en la página 74

[Anexo](#) en la página 75

Especificaciones

Las especificaciones están sujetas a cambios sin previo aviso.

Especificación	Detalles
Dimensiones (anchura x profundidad x altura)	72 x 17 x 15 cm (28,3 x 6,7 x 5,9 pulg.)
Carcasa	Aluminio
Peso	20 kg (45 libras)
Seguridad	Laboratorio 61010-1, 61010-2-010 (patrones de seguridad UL, CSA, EN)
Categoría del nivel de contaminación/instalación	2; II
Clase de protección	I
Requisitos de alimentación	100–115 VCA, 50/60 Hz, 9–11 A 230 VCA, 50/60 Hz, 5 A
Fusible	100–115 VCA: 15 A, 250 VCA, de acción retardada 230 VCA: 6,3 A; 250 VCA, de acción retardada
Entorno operativo	Temperatura: 5 a 40 °C (41 a 104 °F) Humedad: 92,5%, máximo sin condensación
Tamaño de muestra	6,0 ml de capacidad por tubo Micro Dist
Capacidad de muestra	21 tubos Micro Dist
Material del tubo	Polipropileno puro de grado analítico
Rango de temperatura	30 a 135 °C (86 a 275 °F)
Precisión de la temperatura	±0,5 °C (0,9 °F)
Variación de temperatura (entre orificios)	Inferior a ±0,5 °C (0,9 °F)
Margen de error en el ajuste del controlador	Inferior al 1% de la temperatura ajustada
Certificaciones	Modelo de 100–115 VCA: patrones de seguridad UL y CSA (marca cETLus) Modelo de 230 VCA: CE

Información general

En ningún caso el fabricante será responsable de ningún daño directo, indirecto, especial, accidental o resultante de un defecto u omisión en este manual. El fabricante se reserva el derecho a modificar este manual y los productos que describen en cualquier momento, sin aviso ni obligación. Las ediciones revisadas se encuentran en la página web del fabricante.

Información de seguridad

AVISO

El fabricante no es responsable de ningún daño debido a un mal uso de este producto incluyendo, sin limitación, daños directos, fortuitos o circunstanciales y reclamaciones sobre los daños que no estén recogidos en la legislación vigente. El usuario es el responsable de la identificación de los riesgos críticos y de tener los mecanismos adecuados de protección de los procesos en caso de un posible mal funcionamiento del equipo.

Lea todo el manual antes de desembalar, instalar o trabajar con este equipo. Ponga atención a todas las advertencias y avisos de peligro. El no hacerlo puede provocar heridas graves al usuario o daños al equipo.

Asegúrese de que la protección proporcionada por el equipo no está dañada. No utilice ni instale este equipo de manera distinta a lo especificado en este manual.

Uso de la información sobre riesgos

▲ PELIGRO

Indica una situación potencial o de riesgo inminente que, de no evitarse, provocará la muerte o lesiones graves.

▲ ADVERTENCIA

Indica una situación potencial o inminentemente peligrosa que, de no evitarse, podría provocar la muerte o lesiones graves.

▲ PRECAUCIÓN





Indica una situación potencialmente peligrosa que podría provocar una lesión menor o moderada.

AVISO

Indica una situación que, si no se evita, puede provocar daños en el instrumento. Información que requiere especial énfasis.

Etiquetas de precaución

Lea todas las etiquetas y rótulos adheridos al instrumento. En caso contrario, podrían producirse heridas personales o daños en el instrumento. El símbolo que aparezca en el instrumento se comentará en el manual con una declaración de precaución.

	En Europa, el equipo eléctrico marcado con este símbolo no se debe desechar mediante el servicio de recogida de basura doméstica o pública. Devuelva los equipos viejos o que hayan alcanzado el término de su vida útil al fabricante para su eliminación sin cargo para el usuario.
	Este símbolo (en caso de estar colocado en el equipo) hace referencia a las instrucciones de uso o a la información de seguridad del manual.
	Este símbolo, cuando aparece en un producto, identifica la ubicación de un fusible o de un limitador de corriente.
	Este símbolo indica que la pieza marcada podría estar caliente y que debe tocarse con precaución.

Certificación

Reglamentación canadiense sobre equipos que provocan interferencia, IECS-003, Clase A

Registros de pruebas de control del fabricante.

Este aparato digital de clase A cumple con todos los requerimientos de las reglamentaciones canadienses para equipos que producen interferencias.

Cet appareil numérique de classe A répond à toutes les exigences de la réglementation canadienne sur les équipements provoquant des interférences.

FCC Parte 15, Límites Clase "A"

Registros de pruebas de control del fabricante. Este dispositivo cumple con la Parte 15 de las normas de la FCC estadounidense. Su operación está sujeta a las siguientes dos condiciones:

1. El equipo no puede causar interferencias perjudiciales.
2. Este equipo debe aceptar cualquier interferencia recibida, incluyendo las interferencias que pueden causar un funcionamiento no deseado.

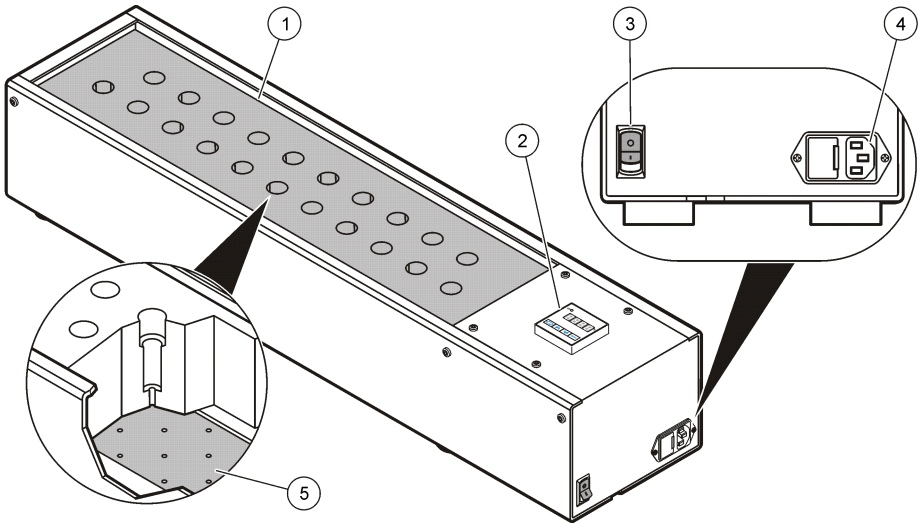
Los cambios o modificaciones a este equipo que no hayan sido aprobados por la parte responsable podrían anular el permiso del usuario para operar el equipo. Este equipo ha sido probado y encontrado que cumple con los límites para un dispositivo digital Clase A, de acuerdo con la Parte 15 de las Reglas FCC. Estos límites están diseñados para proporcionar una protección razonable contra las interferencias perjudiciales cuando el equipo está operando en un entorno comercial. Este equipo genera, utiliza y puede irradiar energía de radio frecuencia, y si no es instalado y utilizado de acuerdo con el manual de instrucciones, puede causar una interferencia dañina a las radio comunicaciones. La operación de este equipo en un área residencial es probable que produzca interferencia dañina, en cuyo caso el usuario será requerido para corregir la interferencia bajo su propio cargo. Pueden utilizarse las siguientes técnicas para reducir los problemas de interferencia:

1. Desconecte el equipo de su fuente de alimentación para verificar si éste es o no la fuente de la interferencia.
2. Si el equipo está conectado a la misma toma eléctrica que el dispositivo que experimenta la interferencia, conecte el equipo a otra toma eléctrica.
3. Aleje el equipo del dispositivo que está recibiendo la interferencia.
4. Cambie la posición de la antena del dispositivo que recibe la interferencia.
5. Trate combinaciones de las opciones descritas.

Descripción general del producto

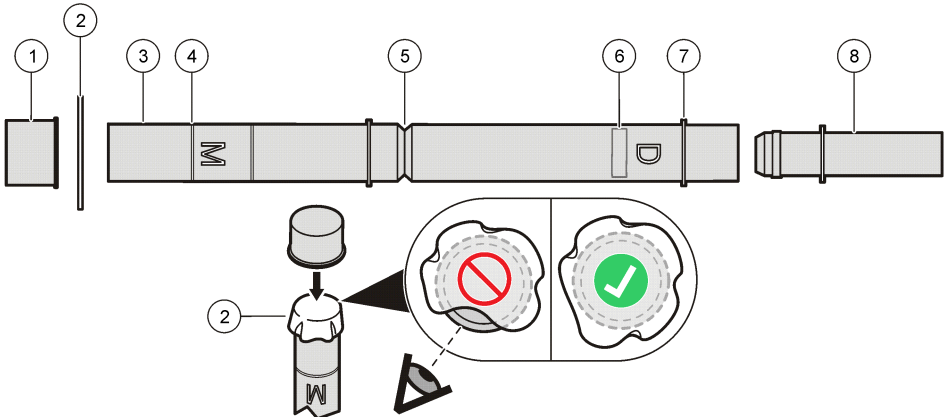
Este instrumento se utiliza con los tubos Micro Dist[®] para retirar los analitos volátiles de muestras líquidas o sólidas con destilación. Consulte [Figura 1](#) y [Figura 2](#). Este instrumento está diseñado sólo para uso en interior.

Figura 1 Descripción general del instrumento



1 Bloque calefactor	3 Interruptor de encendido	5 Placa de drenaje (bajo el bloque calefactor)
2 Pantalla y teclado	4 Conector de alimentación	

Figura 2 Descripción general del tubo Micro Dist

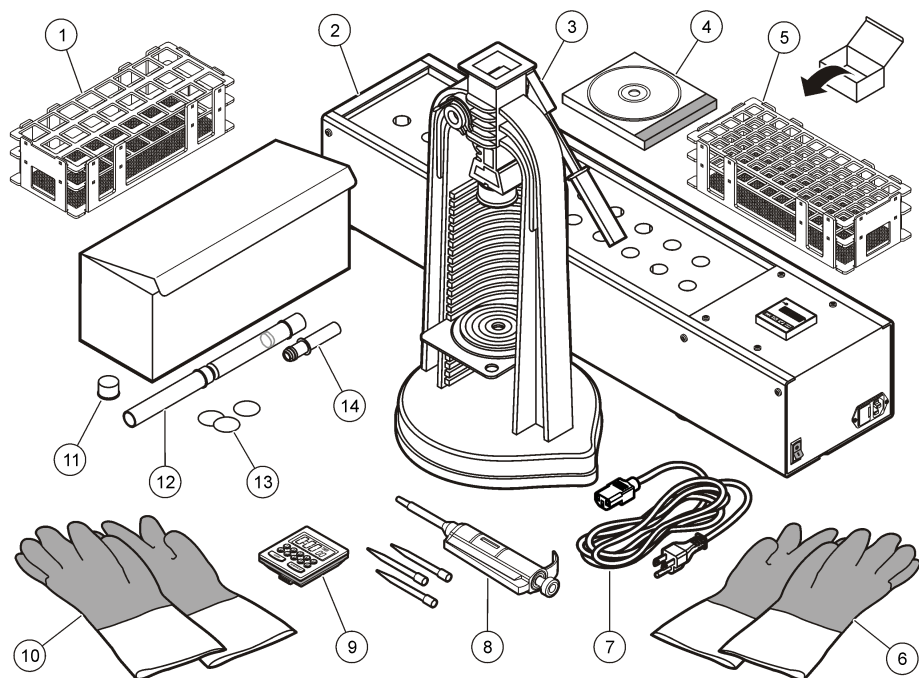


1 Tapón del tubo	4 Marca de 6,0 ml	7 Anillo de detención
2 Membrana del tapón	5 Punto de ruptura	8 Tubo de muestra
3 Tubo de recogida	6 Membrana del tubo de recogida	

Componentes del producto

Asegúrese de haber recibido todos los componentes. Consulte [Figura 3](#). Si faltan artículos o están dañados, póngase en contacto con el fabricante o el representante de ventas inmediatamente.

Figura 3 Componentes del instrumento



1 Gradilla de tubos de recogida	8 Pipeta
2 Micro Dist ¹	9 Temporizador
3 Prensa de montaje	10 Guantes ignífugos, talla grande
4 CD de instrucciones	11 Tapón de tubo (10 unidades)
5 Gradilla de tubos de muestra	12 Tubo de recogida de llenado por parte del usuario ² (10 unidades)
6 Guantes ignífugos, talla media	13 Membranas del tapón (20 unidades)
7 Cable de alimentación	14 Tubo de muestra (10 unidades)

¹ A17102 incluye únicamente el bloque Micro Dist y un cable de alimentación

² No se debe emplear con el método del amoniaco-1 o -2. Consulte la [Accesorios](#) en la página 75.

Instalación

Montaje de las gradillas de los tubos

Consulte las instrucciones de montaje suministradas con las gradillas para tubos.

Conexión del cable de alimentación

⚠ PELIGRO



Peligro de electrocución. Se requiere una conexión de toma a tierra (PE).

⚠ PELIGRO



Peligro de electrocución e incendio. Conecte el cable de alimentación de modo que no entre en contacto con superficies calientes.

⚠ PELIGRO



Peligro de descarga eléctrica e incendio. Los cables de alimentación eléctrica de recambio deben:

- Tener una forma de enchufe correcta para la conexión de salida.
- Tener una potencia suficiente para la tensión y la corriente de suministro. Consulte los requisitos de la sección Especificaciones.
- Cumplir o superar los requisitos de códigos eléctricos locales.

⚠ ADVERTENCIA



Peligro de lesión personal. Los instrumentos o los componentes son pesados. Pida ayuda para instalarlos o moverlos.

AVISO

Asegúrese de que haya al menos 15 cm (6 pulg.) de espacio alrededor del instrumento para asegurar que haya una corriente de aire suficiente y evitar así daños por calentamiento en los objetos circundantes.

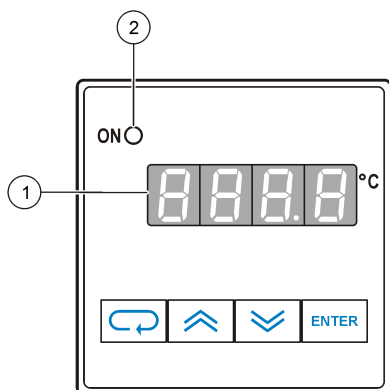
Este instrumento está clasificado para una altitud de 2000 m (6562 pies) como máximo. El uso de este instrumento a una altitud superior a los 2000 m puede aumentar ligeramente la posibilidad de fallo del aislamiento, lo que puede generar riesgo de descarga eléctrica. El fabricante recomienda ponerse en contacto con el servicio de asistencia técnica en caso de dudas.

1. Coloque el instrumento en una superficie estable, nivelada y resistente al calor. No coloque el instrumento en un lugar donde reciba luz solar directa.
2. Conecte el cable de alimentación a la regleta de alimentación. Consulte [Figura 1](#) en la página 57.
3. Conecte el cable de alimentación a una toma de corriente con protección a tierra.

Interfaz del usuario y navegación

[Figura 4](#) muestra el teclado y la pantalla del instrumento. [Tabla 1](#) indica las funciones de las teclas.




Figura 4 Pantalla y teclado



1 Temperatura del bloque calefactor (°C)

2 Luz de calentamiento

Tabla 1 Funciones de las teclas

Tecla	Función
	Muestra o cambia el ajuste de temperatura.
	Incrementa el valor.
	Reduce el valor.
ENTER	Almacena el cambio

Funcionamiento

⚠ ADVERTENCIA



Peligro por exposición a productos químicos. Respete los procedimientos de seguridad del laboratorio y utilice el equipo de protección personal adecuado para las sustancias químicas que vaya a manipular. Consulte los protocolos de seguridad en las hojas de datos de seguridad actuales (MSDS/SDS).



⚠ ADVERTENCIA



Riesgo de inhalación de gases. Utilice el instrumento con una campana de extracción para evitar la exposición a gas peligroso.

⚠ ADVERTENCIA



Peligro de explosión. Para evitar que la presión aumente en los tubos durante la destilación, no cubra la apertura de ventilación de los tapones de los tubos.

⚠ ADVERTENCIA



Peligro de explosión. Es posible que la muestra caliente salga del tubo de muestras mediante una explosión si, durante la destilación, la espuma o los residuos entran en contacto con la membrana.

⚠ PRECAUCIÓN



Peligro de incendio. Este producto no ha sido diseñado para utilizarse con líquidos inflamables.

⚠ PRECAUCIÓN



Peligros diversos. Sólo el personal cualificado debe realizar las tareas descritas en esta sección del documento.

Consulte [Solución de problemas](#) en la página 73 si espuma o desechos alcanzan la membrana durante la destilación.

Información sobre gases peligrosos

Los métodos Micro Dist no liberan habitualmente gases peligrosos, sin embargo, se podría producir una situación peligrosa si se produjeran errores. Consulte en la [Tabla 2](#) los gases que se pueden liberar con Micro Dist.

Tabla 2 Información sobre gases peligrosos para métodos específicos

Método	Gas	Concentración límite de exposición permitida (por mg/m ³)
Cianuro-1	Cianuro (HCN)	5 mg
Cianuro-2	Cianuro (HCN)	5 mg
Cianuro-3 (WAD)	Cianuro (HCN)	5 mg
Cianuro-5	Cianuro (HCN)	5 mg
Fenólicos-1	Fenol (C ₆ H ₅ OH)	19 mg
Sulfuro-1	Sulfuro de hidrógeno (H ₂ S)	15 mg
Sulfuro-2	Sulfuro de hidrógeno (H ₂ S)	15 mg
Amoníaco-1	Amoníaco (NH ₃)	35 mg
Amoníaco-2	Amoníaco (NH ₃)	35 mg
Tritio-1	Tritio (³ H)	—

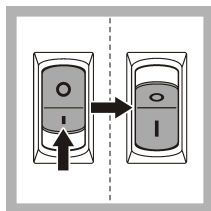
Notas sobre la preparación

- El instrumento tarda aproximadamente 40 minutos en alcanzar la temperatura programada.
- En los métodos de concentración muy baja, como el amoníaco, limpie los tubos de recogida con agua desionizada antes de su empleo.
- Utilice únicamente tubos de recogida de amoníaco con los métodos Micro Dist para amoníaco. Habitualmente, los tubos de recogida de amoníaco aportan un blanco de amoníaco de 0,015 mg o 15 ppb N/L en 6.0 ml de destilado. Asegúrese de destilar ambos patrones de calibración y todas las muestras con los tubos de amoníaco.
- Utilice los tubos de llenado por el usuario el mismo día que se llenan con disolución de captura.
- Mantenga los tubos pre-llenados sellados en su envase hasta que estén listos para su uso. Utilice los tubos pre-llenados durante 2 semanas como máximo una vez abierto el envase sellado. Anote en el envase la fecha en la que fue abierto.
- No ponga los tubos de recogida en un frigorífico, ya que el frío puede hacer disminuir el tamaño de la membrana del tubo. La solución de captura podría entonces bordear la membrana y salirse.

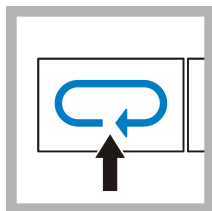
- Para los métodos de cianuro, destile siempre los patrones con las muestras.
- El fabricante recomienda al usuario destilar un conjunto de patrones al menos una vez al día o una vez tras un lote de muestras. Entonces, utilice los patrones Micro Dist como patrones de calibración para el método usado para determinar las muestras.

Procedimiento general

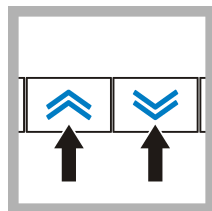
Ajuste de la temperatura



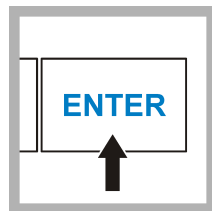
1. Conecte el interruptor de alimentación.



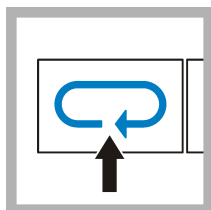
2. Pulse la tecla de temperatura.
En la pantalla se alternan parpadeando "SP" y el ajuste de temperatura.



3. Utilice las teclas de flecha ARRIBA y ABAJO para seleccionar la temperatura Consulte en [Información sobre el método](#) en la página 67 el ajuste de temperatura.



4. Pulse **Enter** (Intro).

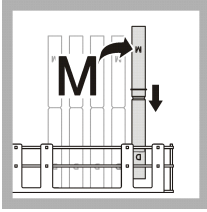


5. Pulse la tecla de temperatura.

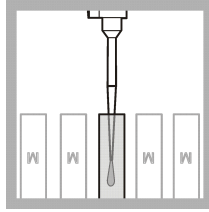
En la pantalla se muestra la temperatura establecida del bloque calefactor.

Preparación de los tubos de recogida

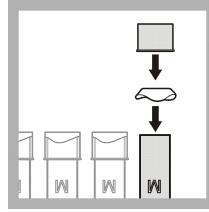
Si se utilizan tubos pre-llenados, siga solo el paso 1



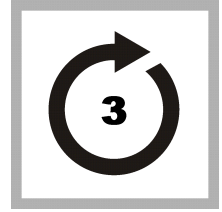
1. Coloque el tubo de recogida en la gradilla con el extremo M hacia arriba para la destilación de las muestras.



2. Prepare la disolución de captura si corresponde. Consulte [Disoluciones de captura](#) en la página 68. Ponga disolución de captura en los tubos de recogida.

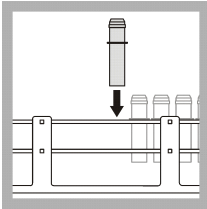


3. Coloque una membrana de tapón sobre el tubo de recogida. Ponga el tapón en el tubo. Consulte [Figura 2](#) en la página 57.

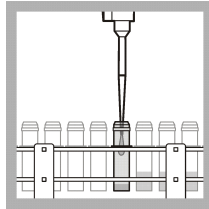


4. Repita el paso 3 con todos los tubos de recogida.

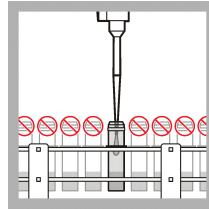
Coloque los tubos



1. Ponga el número necesario de tubos de muestra en la gradilla (21 como máximo)

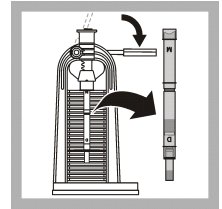


2. Introduzca muestra en los tubos. Consulte en [Información sobre el método](#) en la página 67 la cantidad.

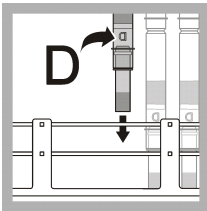


3. Añada agente liberador, agente neutralizante y/o disolución tampón a un tubo de muestra, si corresponde.

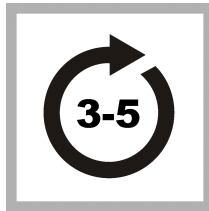
Consulte [Agentes liberadores](#) en la página 69, [Agentes neutralizantes](#) en la página 70 y [Disoluciones buffer](#) en la página 70.



4. Monte y presione el tubo. Consulte [Prensado del tubo](#) en la página 64.



5. Coloque el tubo en la gradilla de tubos de recogida con el tubo de muestra abajo.

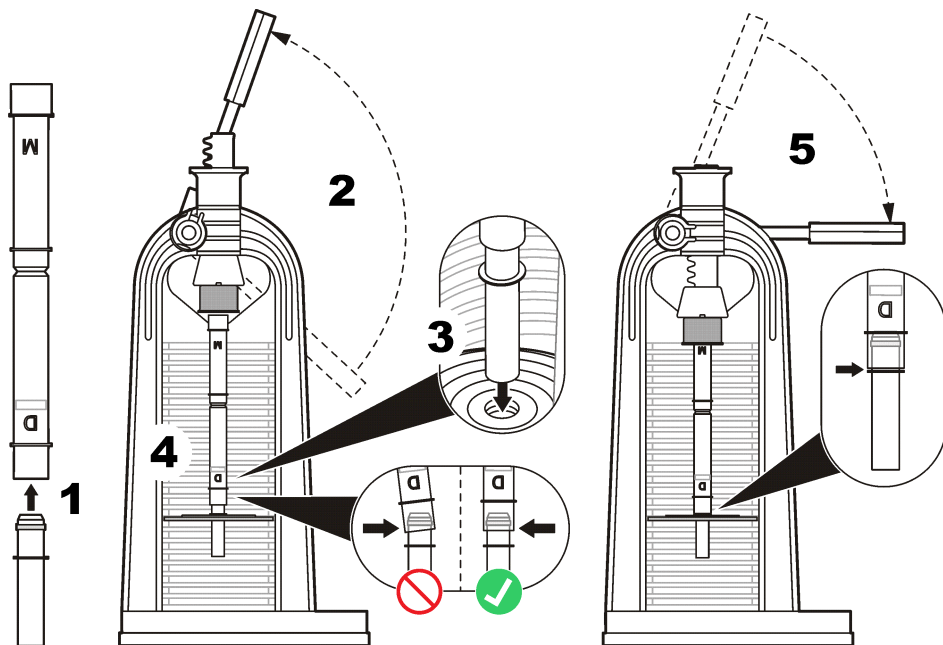


6. Repita los pasos 3-5 para cada tubo de muestra.

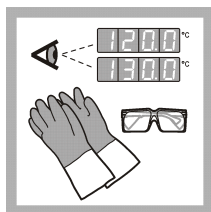
Prensado del tubo

Consulte [Figura 5](#) para prensar el tubo. Sujete el tubo de recogida firmemente por el centro con una mano mientras se prensa.

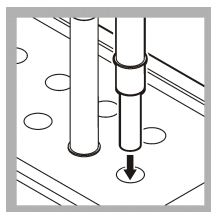
Figura 5 Prensado del tubo



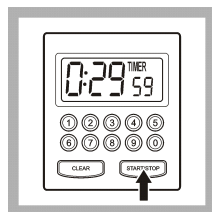
Destilación de las muestras



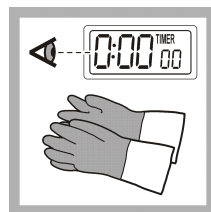
1. Cuando la temperatura del instrumento se encuentre a la temperatura ajustada, póngase unos guantes ignífugos y gafas de protección.



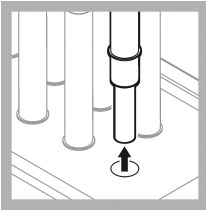
2. Coloque los conjuntos de tubos en los distintos orificios del bloque calefactor. Empuje hasta que el anillo de detención del tubo de muestra toque el bloque calefactor. Consulte [Figura 2](#) en la página 57.



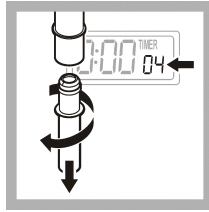
3. Quítese los guantes. Ajuste el cronómetro y póngalo en marcha. Consulte en [Información sobre el método](#) en la página 67 el tiempo de destilación.



4. Una vez pasado el tiempo establecido, póngase los guantes ignífugos.



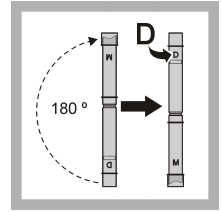
5. Retire un conjunto de tubos del bloque calefactor.



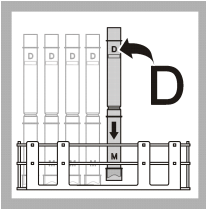
6. Transcurridos 4 segundos, presione hacia abajo y gire el tubo de muestra para retirarlo del tubo de recogida.



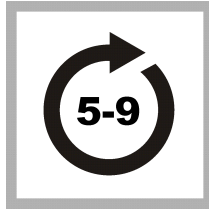
7. Deseche la muestra caliente y el tubo de muestra.



8. Invierta el tubo de recogida de manera que el extremo D quede hacia arriba.

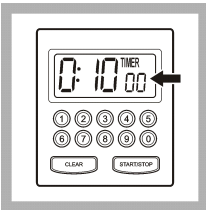


9. Coloque el tubo de recogida en su gradilla.

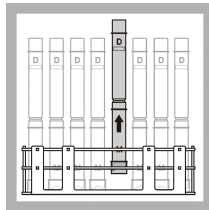


10. Repita los pasos 5-9 hasta que se hayan retirado todos los tubos del bloque calefactor. Qítense los guantes.

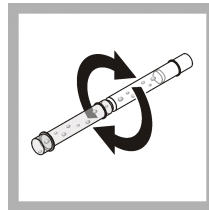
Recolección de las muestras destiladas



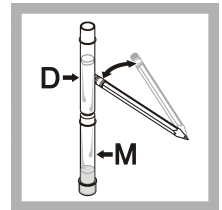
1. Deje los tubos enfriarse al menos 10 minutos.



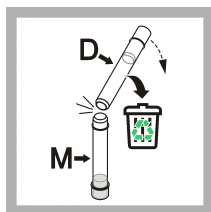
2. Retire un tubo de la gradilla.



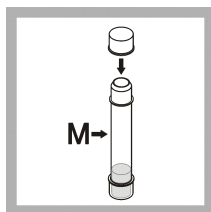
3. Mantenga el tubo en posición horizontal. Haga girar lentamente el tubo de recogida para hacer llegar gotas a sus extremos.



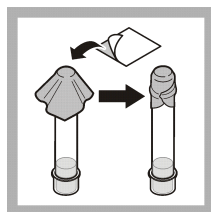
4. Ponga el tubo vertical con el extremo D hacia arriba. De golpecitos en las paredes del tubo de recogida si fuera necesario para que las gotas se desplacen hacia abajo hasta el extremo D.



5. Separe el extremo D del tubo con las manos y deséchelo.



6. Ponga un tapón en el tubo.

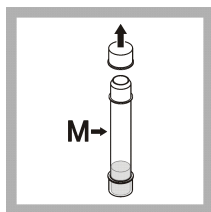


7. Ponga Parafilm® en los extremos del tubo si no se va utilizar la muestra de inmediato.

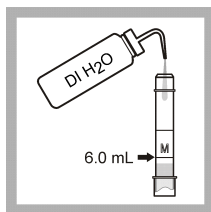
Dilución de las muestras destiladas

Para tritio-1, añada muestra destilada y agua de dilución a los viales para centelleo, según sea necesario. Añada el cóctel de centelleo y haga el recuento. Consulte el manual de instrucciones del fabricante.

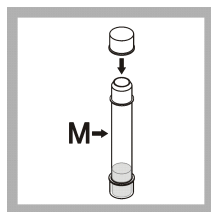
Para otros métodos:



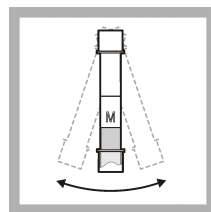
1. Quítele el tapón al tubo.



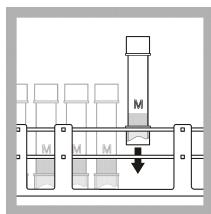
2. Añada agua desionizada hasta la marca de 6,0 ml del tubo.



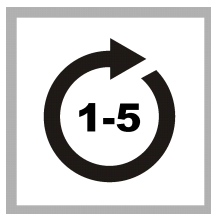
3. Ponga el tapón en el tubo.



4. Agite el tubo suavemente para mezclar su contenido. No invierta el vial.



5. Coloque el tubo en la gradilla con el extremo M hacia abajo.



6. Repita los pasos 1-5 para cada tubo.

Medición de la muestra

Mida la muestra con el método QuikChem o equivalente Consulte [Métodos de determinación](#) en la página 71.

Hay destilado suficiente en los tubos para periodos de muestra de 25 segundos.

Información sobre el método

Método	Tipo de muestra	Rango	Cantidad	Temperatura	Tiempo
Cianuro-1	Cianuro/l libre y combinado	0,002–100 mg	Muestra líquida o patrón: 6,0 ml 6	120 °C	30 min
Cianuro-2	Cianuro/l libre y combinado en extracto cáustico (1,25 M NaOH)	0,5–50 mg	Tierra o lodo ¹ : 0,5 a 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada <i>Nota: La cantidad de cianuro en la tierra o el lodo en 6 ml debe estar entre 0 012 y 600 µg.</i>		
Cianuro-3 (WAD)	Cianuro/l libre y disociable en ácido débil (WAD)	0,002–0,50 mg			
Cianuro-5	Cianuro/l libre y combinado en presencia de sulfuro	0,05–50 mg			
Fenólicos-1	Fenólicos/l	0,002–50,0 mg	Muestra líquida o patrón: 6,0 ml o 6 g Tierra o lodo ¹ : 0,5 a 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada Ajustar aproximadamente a pH 4 con 1 M NaOH o 10% H ₂ SO ₄	130 °C	90 min
Sulfuro-1	Sulfuro soluble en ácido	0,2–50 mg/kg	Estándar: 5,5 ml o 5,5 g Muestra líquida: 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada Tierra o lodo ¹ : 0,5 a 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada	120 °C	30 min
Sulfuro-2	Sulfuro soluble en ácido/l	0,01–10,0 mg	Muestra líquida o patrón: 6,0 ml o 6 g Tierra o lodo ¹ : 0,5 a 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada		

Método	Tipo de muestra	Rango	Cantidad	Temperatura	Tiempo
Amoníaco--1: Método del fenato/ISE	N//I	0,010–2,0 mg	Muestra líquida o patrón: 6,0 ml o 6 g Tierra o lodo ¹ : 0,5 a 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada	120 °C	30 min
Amoníaco —2: Método de nesslerización	N//I	0,010–2,0 mg	Muestra líquida o patrón: 6,0 ml o 6 g Tierra o lodo ¹ : 0,5 a 1,0 g mezclado con 5 ml de agua desionizada		
Tritio-1	Compuestos tritiados volátiles <i>Nota: Si la muestra es principalmente aceite, no la destile, realice el recuento directamente con el contador de centelleo.</i>	—	Muestra líquida o patrón: 6,0 ml o 6 g	120 °C	90 min

¹ Consulte [Destilación de una muestra sólida](#) en la página 74 para identificar el mejor peso de muestra que añadir a cada tubo.

Disoluciones de captura

Los métodos no indicados no utilizan una solución de captura.

Método	Disolución de captura ¹	Preparación
Cianuro-1	1,5 ml o 1,55 g de 1,00 M de disolución estandarizada de NaOH	—
Cianuro-2		
Cianuro-3 (WAD)		
Cianuro-5	1,5 ml o 1,55 g de disolución de captura	Disuelva 0,80 g de PbCO ₃ en 1 l de 1,00 M de disolución estandarizada de NaOH.
Sulfuro-1	2,0 ml o 2,0 g de 0,043 M de disolución de acetato de cinc	Combinar: <ul style="list-style-type: none"> • 8,78 g dihidrato de acetato de cinc • 0,10 g de HCl concentrado • 880,0 g de agua desionizada • 43,2 g de una disolución de formaldehído Mezclar bien hasta su disolución.
Sulfuro-2	1,5 ml o 1,55 g de 1,00 M de disolución estandarizada de NaOH	—

Método	Disolución de captura ¹	Preparación
Amoníaco--1: Método del fenato/ISE	1,0 ml o 1,0 g de 0,016 M de disolución estandarizada de ácido sulfúrico	—
Amoníaco —2: Método de nesslerización	2,0 ml o 2,0 g de 0,13 M de disolución de ácido bórico	Disolver 8,0 g de ácido bórico en 995,0 g de agua desionizada.

¹ Se puede utilizar otras concentraciones de disolución estándar. Ajuste la cantidad añadida a cada tubo del modo correspondiente.

Agentes liberadores

Los métodos no indicados no utilizan un agente liberador.

Método	Agente liberador	Preparación
Cianuro-1	0,75 ml de una disolución de 7,11 M de ácido sulfúrico / 0,79 M de cloruro de magnesio	Consulte Preparación de agente liberador—Cianuro-1, -2 o -5 en la página 69.
Cianuro-2		
Cianuro-5		
Cianuro-3 (WAD)	0,75 ml de 0,50 M de acetato de cinc/0,52 M de acetato de sodio/0,87 M de ácido acético	Consulte Preparación del agente liberador—Cianuro-3 (WAD) en la página 69.
Sulfuro-1	0,45 ml de disolución 9,0 M de ácido sulfúrico <i>Nota: Cuando se destila inicialmente una matriz desconocida, determine la cantidad de ácido sulfúrico concentrado necesario para reducir el pH de la muestra a 1 o inferior. El volumen necesario puede ser superior a 0,45 ml.</i>	Consulte Preparación de agente liberador—Sulfuro -1 o -2 en la página 70.
Sulfuro-2		

Preparación de agente liberador—Cianuro-1, -2 o -5

Preparación de 200 ml de agente liberador.

1. En una campana de laboratorio, ponga un vaso de precipitados de 500 ml en una balanza de carga por la parte superior.
2. Póngala a cero.
3. Añada 110,8 g de agua desionizada.
4. Añada y disuelva completamente 32,2 g de hexahidrato de cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$).
5. Añada lentamente 139 g de ácido sulfúrico concentrado en incrementos de 40 g. Hágalo girar y déjelo enfriar tras cada adición.
6. Deje enfriar la disolución a temperatura ambiente.
7. Ponga la disolución en un recipiente cerrado.

Preparación del agente liberador—Cianuro-3 (WAD)

Preparación de 1 l de agente liberador.

1. En una campana de laboratorio, ponga un recipiente de 1 l en una balanza de carga por la parte superior.
2. Póngala a cero.
3. Añada 950 g de agua desionizada.
4. Añada y disuelva completamente 70,97 g de trihidrato de acetato de sodio ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$).
5. Añada y disuelva completamente 100 g de monohidrato de acetato de cinc ($\text{ZnC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).
6. Añada 52,5 g de ácido acético glacial ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$).
7. Ponga la disolución en un recipiente cerrado.

Preparación de agente liberador—Sulfuro -1 o -2

Preparación de 300 ml de agente liberador.

1. En una campana de laboratorio, ponga un vaso de precipitados de 500 ml en una balanza de carga por la parte superior.
2. Póngala a cero.
3. Añada 150 g de agua desionizada.
4. Añada lentamente 276 g de ácido sulfúrico concentrado en incrementos de 40 g. Hágalo girar y déjelo enfriar tras cada adición.
5. Deje enfriar la disolución a temperatura ambiente.
6. Ponga la disolución en un recipiente cerrado.

Agentes neutralizantes

Los métodos no indicados no utilizan un agente neutralizante.

Método	Agente neutralizante
Cianuro-2	200 µl de H ₂ SO ₄ concentrado

Disoluciones buffer

Los métodos no indicados no utilizan una disolución buffer.

Método	Disolución buffer	Preparación
Amoníaco--1: Método del fenato/ISE	Muestras conservadas con 2 ml de ácido sulfúrico concentrado por litro: 1,0 ml de buffer de borato 0,025 M (Na ₂ B ₄ O ₇). Amortigüe a un pH de 9,5 para disminuir la hidrólisis de los cianatos y de los compuestos orgánicos nitrogenados.	Consulte Preparación de la disolución buffer—Amoníaco-1 o -2 en la página 70.
	Muestras no conservadas con ácido: 0,75 ml de buffer de borato 0,011 M (Na ₂ B ₄ O ₇). Amortigüe a un pH de 9,5 para disminuir la hidrólisis de los cianatos y de los compuestos orgánicos nitrogenados.	
Amoníaco—2: Método de nesslerización	0,75 ml de buffer de borato 0,011 M (Na ₂ B ₄ O ₇). Amortigüe a un pH de 9,5 para disminuir la hidrólisis de los cianatos y de los compuestos orgánicos nitrogenados.	
Tritio-1	1 o 2 gotas de 10 M NaOH	—

Preparación de la disolución buffer—Amoníaco-1 o -2

1. Ponga un recipiente de un litro en una báscula de carga por la parte superior.
2. Póngala a cero.
3. Añada 964 g de agua desionizada.
4. Añada y disuelva completamente borato de sodio (Na₂B₄O₇). Consulte en [Tabla 3](#) la cantidad.
5. Añada hidróxido de sodio (NaOH). Consulte en [Tabla 3](#) la cantidad.
6. Mezcle bien.
7. Ponga la disolución en un recipiente cerrado.

Tabla 3 Información sobre el buffer de borato

Concentración	Borato de sodio	Hidróxido de sodio
0,025 M de buffer de borato	5 g (anhidro)	22 g (sólido)
	9,5 g (decahidrato, 10 H ₂ O)	22 g (sólido)
0,011 M de buffer de borato	2,17 g (anhidro)	36 ml de solución 0,1 M
	4,2 g (decahidrato, 10 H ₂ O)	36 ml de solución 0,1 M

Métodos de determinación

Método	Matriz y química	Disolución	Método QuikChem
Cianuro-1	Aguas, sólidos, disociable en ácido fuerte (SAD), cianuro total	Volumen de muestra original, pero ahora en 0,25 M NaOH	10-204-00-1-X o 10-204-00-1-X2
Cianuro-2	Extractos cáusticos, SAD, cianuro total		10-204-00-1-W
Cianuro-3 (WAD)	Aguas, sólidos, disociable en ácido débil (WAD)		10-204-00-1-WX
Cianuro-5	Aguas, sólidos, SAD (cianuro total) en presencia de sulfuro	Volumen de muestra original, pero ahora en 0,25 M NaOH y 0,8 mM Pb	10-204-00-1-X
Fenólicos-1	Aguas, sólidos, 4-AATP	—	10-210-00-1-X
Sulfuro-1	Aguas, determinación yodométrica	Volumen de muestra original, pero ahora en sulfuro (ZnS)	No hay método QuikChem Utilice un método EPA: <ul style="list-style-type: none"> • SW-846 método 9030, Revisión 1 (Dec. 1987) • Método 376.1
Sulfuro-2	Determinación colorimétrica aguas/MTB	Volumen de muestra original, pero ahora en 0,25 M NaOH	10-116-29-1-X
Amoníaco--1: Método del fenato/ISE	Aguas, determinación ISE o colorimétrica de fenatos	Volumen de muestra original, pero ahora en 0,003 M de ácido sulfúrico	10-107-06-1-X
Amoníaco--2: Método de nesslerización	Aguas, sólidos, nesslerización	Volumen de muestra original, pero ahora en 0,043 M de disolución de ácido bórico	No hay método QuikChem Utilice métodos estándar.
Tritio-1	Aguas contaminadas, sólidos	—	—

Mantenimiento

⚠ PRECAUCIÓN



Peligros diversos. Sólo el personal cualificado debe realizar las tareas descritas en esta sección del documento.

AVISO

No desmonte el instrumento para el mantenimiento. Si es necesario limpiar o reparar los componentes internos, póngase en contacto con el fabricante.

Limpieza del instrumento

▲ PRECAUCIÓN



Peligro de quemadura. Desconecte el instrumento de la alimentación eléctrica y deje que se enfríe antes de continuar con este procedimiento.

▲ PRECAUCIÓN



Peligro de incendio. No utilice agentes inflamables para limpiar el instrumento.

▲ PRECAUCIÓN



Peligro por exposición a productos químicos. Deshágase de los productos químicos y los residuos de acuerdo con las normativas locales, regionales y nacionales.

AVISO

Para evitar que el instrumento sufra daños, no utilice agentes limpiadores como trementina, acetona o productos similares para limpiar el instrumento, incluida la pantalla.

Mantenga el instrumento limpio para que su funcionamiento sea continuo y preciso.

1. Desconecte el interruptor de alimentación.
2. Desconecte el cable de alimentación de la toma de corriente.
3. Cuando se enfríe el instrumento, limpie la superficie con un paño suave y húmedo, y una solución jabonosa suave.
4. Deje que el instrumento se seque completamente antes de usarlo.

Limpieza de los derrames

Si una gran cantidad de líquido alcanza el bloque calefactor:

1. Desconecte el cable de alimentación de la toma de corriente.
2. Deje que se enfríe el instrumento.
3. Lave los orificios con agua. El agua se drena por la parte inferior del instrumento a través de la placa de drenaje.
4. Deje que el instrumento se seque completamente antes de usarlo.

Sustitución del fusible

▲ PELIGRO



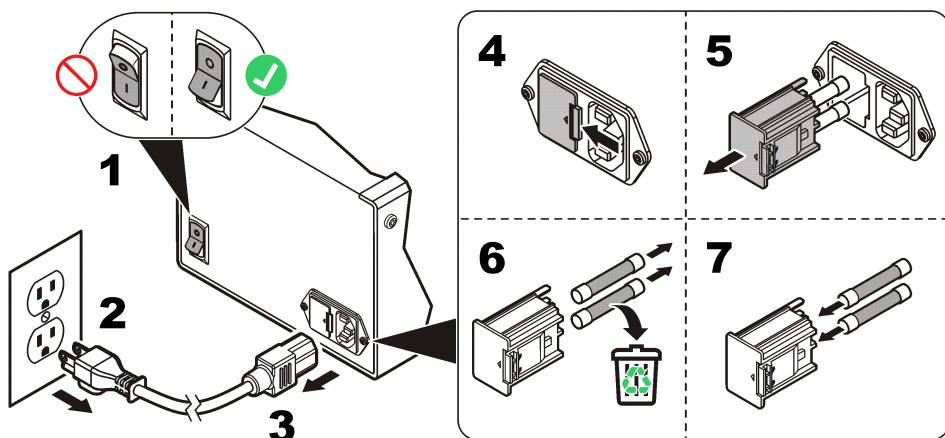
Peligro de incendio. Utilice el mismo tipo de fusibles con la misma corriente nominal cuando los sustituya.

Habitualmente, un fallo del fusible está ocasionado por un problema en el instrumento. Si el fusible sigue fallando, póngase en contacto con el Servicio de atención al cliente.

Nota: Modelo de 100–115 VCA: aunque hay posiciones para dos fusibles, solo el superior de la caja de fusibles está conectado al circuito. El otro se utiliza como repuesto y no es necesario.

Consulte [Figura 6](#) para sustituir el fusible.

Figura 6 Sustitución del fusible



Solución de problemas

Problema	Posible causa	Solución
Recuperación de analitos baja o inconsistente	Los tubos no están insertados completamente en el bloque calefactor	Inserte los tubos en el bloque calefactor hasta que el anillo de retención del tubo toque el bloque calefactor.
	Se ha añadido demasiado NaOH a las muestras	Rebaje el pH con ácido sulfúrico antes de la destilación. <i>Nota: Si se añade demasiado NaOH a las muestras, la cantidad de HCN en las muestras desciende.</i>
	Los tubos de muestra no se retiraron inmediatamente tras la destilación.	Retire los tubos de muestra del conjunto de tubos inmediatamente tras la destilación.
	Se ha añadido demasiado líquido al tubo de muestra, lo que hace que la muestra destilada vuelva al tubo de muestra.	Utilice una pipeta calibrada para echar la muestra, el agente liberador, el agente neutralizante y/o la disolución tampón en el tubo de muestra.
	Un método requiere una mayor concentración de NaOH de modo que la recuperación de muestras es alta	En el método del cianuro-1, el método de determinación que sigue a la destilación debe anticipar tanto muestras de 6,0 ml como 0,25 M de NaOH. Por ejemplo, si se usa el método USEPA 335.2 y se reducen las cantidades de reactivo, pero la disolución se diluye a 100 ml, no se producirá el desarrollo de la coloración. Vea como ejemplo una versión reducida de este método. En algunos métodos de "análisis automático" se espera una concentración diferente de NaOH. Si los patrones sin diluir utilizados en estos métodos no están preparados en 0,25 M de NaOH, se producirá un efecto matriz cuando se realice la determinación de las muestras microdestiladas, que siempre se encuentran en 0,25 M de NaOH.
Un método requiere una menor concentración de NaOH de modo que la recuperación de muestras es baja		
Blancos grandes en el cianuro	MgCl ₂ contaminado	Utilice únicamente una pureza del 99,9999% u otro grado ultrapuro. Utilice grado de gran calidad (p. ej. HPLC) de ácido sulfúrico cuando sea posible.

Problema	Posible causa	Solución
La muestra hierve con demasiada intensidad en el tubo de muestra	—	Añada un gránulo Hengar u otra piedra de ebullición pequeña (de alrededor de 1 mm de diámetro) al tubo de muestra.
Los resultados de los métodos Micro Dist no coinciden con otros métodos	El método analítico no está calibrado con los patrones de Micro Dist	Calibre el método analítico con los patrones de Micro Dist. Si las recuperaciones son mejores para las muestras de referencia, utilice los patrones de Micro Dist. <i>Nota: Los métodos analíticos utilizados tras la destilación se deben reducir proporcionalmente con respecto a la menor muestra de Micro Dist.</i>
El bloque tarda horas en alcanzar la temperatura programada.	Error en el instrumento	Si el instrumento tarda más de 30-40 minutos en alcanzar la temperatura programada, póngase en contacto con el servicio técnico.
No se puede separar el tubo de recogida	—	Utilice unas tijeras de podar o de cocina para cortar el tubo de recogida por el punto de ruptura.
Espuma o desechos en la membrana	Muestra de tierra o lodo con alto contenido orgánico (p. ej. grasa o aceites)	Utilice una muestra más pequeña o agua menos desionizada. Consulte Destilación de una muestra sólida en la página 74. <i>Nota: La espuma humedece la membrana hidrofóbica, lo que hace que esta devuelva la muestra destilada al tubo de muestra.</i>

Destilación de una muestra sólida

Pruebe con distintos pesos de muestra hasta dar con el mejor que añadir a cada tubo para los distintos tipos de matriz. Si la muestra tiene mucho contenido orgánico, utilice únicamente 0,5 g de muestra o menos. Si la muestra tiene poco contenido orgánico, utilice hasta 1 g de muestra como máximo.

Las muestras de tierra y lodo se diluyen con agua desionizada. Calcule la cantidad de muestra en mg/kg tras el análisis:

$$A = C \times ((1 \text{ L} / 1000 \text{ ml}) \times V)$$

$$B = A \text{ dividido entre } (W \times 1000 \text{ g/kg})$$

Donde:

A = mg de analito en la muestra

B = mg de analito por kg de muestra (mg/kg)

C = concentración determinada (mg/l)

V = volumen de dilución en el tubo (ml)

W = peso de la muestra original (g)

Si sigue apareciendo espuma o desechos en la membrana del tubo de recogida una vez reducida la muestra a 0,5 g:

1. Añada 4—5 ml de agua desionizada en lugar de 6 ml al tubo de muestra.
2. Añada carbón activado al tubo de muestra hasta que cubra la superficie del sólido.
3. Rellene el espacio vacío del tubo de muestra con lana de vidrio.

Nota: Para las muestras orgánicas o de tierra que contengan cianuro, Biobeads™, fabricadas por BIORAD, n.º de referencia SM-2, son eficaces en los laboratorios.

Haga una prueba con un patrón conocido y una muestra enriquecida que produzca espuma o desechos en la membrana para determinar si estos procedimientos corrigen el problema.

Piezas de repuesto y accesorios

Nota: Los números de producto y artículo pueden variar para algunas regiones de venta. Comuníquese con el distribuidor correspondiente o visite el sitio Web de la compañía para obtener la información de contacto.

Piezas de repuesto

Descripción	Cantidad	Referencia
Prensa de montaje	1	17023L
Fusible, 15 A, 250 VCA, de acción retardada	1	17085
Fusible, 6,3 A, 250 VCA, de acción retardada	1	20210
Micro Dist, digital, 110 VCA	1	A17102
Pipeta, 0,2–1,0 ml	1	BBP078
Puntas de pipeta para BBP078	100	BBP079
Cable de alimentación, 115 VCA, 15A	1	17040L
Cable de alimentación, 230 VCA, 10A	1	31196
Tubo, Micro Dist, de llenado por el usuario	10	A17017
Gradilla de tubos, 24 orificios	1	2497903
Gradilla de tubos, 60 orificios	1	2497901

Accesorios

Descripción	Cantidad	Referencia
Tubo, Micro Dist, de llenado por el usuario	50	A17517
Tubo, Micro Dist, de llenado por el usuario	100	A17117
Tubo, Micro Dist, de llenado por el usuario para amoníaco-1 -2 ¹	50	A17517A
Tubo, Micro Dist, de llenado por el usuario para amoníaco-1 o -2 ¹	100	A17117A
Tubo, Micro Dist, pre-llenado, para cianuro-1, -2, -3 y sulfuro-2	21	A17001
Tubo, Micro Dist, pre-llenado, para fenólicos-1	21	A17002
Tubo, Micro Dist, pre-llenado, para tritio-1	10	A17014

¹ Especialmente preparado para la determinación de NH₃.

Anexo

Método Cianuro-1

USEPA Método 335.2 reducido

Para 6,0 ml de muestra microdestilada, el factor de reducción de este método colorimétrico en lotes es 6/50 o 0,120. Los cambios recomendados en el aparato o en la técnica son [añadidos entre paréntesis]. La reducción da las mismas concentraciones de reactivos, muestra y analito que en la sección 8.7, p. 335.2–4.

8.7 Retire 6.0 ml de disolución del matraz (tubo de recogida) y transféralo a un matraz Erlenmeyer de 20 ml. Añada 1,80 ml de disolución de fosfato de sodio (7.6) y mézclelo.

8.7.1 Método de la piridina-ácido barbitúrico: añada 0,24 ml de cloramina T (7.12) y mézclelo. Tras uno o dos minutos, añada 0,60 ml de disolución piridina-ácido barbitúrico (7.13.1) y mézclelo. [Añada 3.36 ml de agua desionizada] y vuelva a mezclar. Deje pasar ocho minutos para que se produzca la coloración, a continuación, lea la absorbancia a 578 nm en una celda de 1 cm en 15 minutos como máximo.

8.7.2 Método de la piridina-pirazolona: añada 0,060 ml de cloramina T (7.12) y mézclelo. Tras uno o dos minutos, añada 0,60 ml de disolución piridina-pirazolona (7.13.1) y mézclelo. [Añada 3.54 ml de agua desionizada] y vuelva a mezclar. Transcurridos 40 minutos, lea la absorbancia a 620 nm en una celda de 1 cm.

Nota: Algunos destilados pueden contener compuestos que tengan necesidad de cloro. Un minuto después de añadir cloramina T, mida el cloro residual con papel de KI almidonado. Si el resultado es negativo, añada 0,060 ml más de cloramina T. Transcurrido un minuto, vuelva a realizar la medición en la muestra.

Nota: Más de 0,060 ml de cloramina T impedirá la formación del color con piridina-pirazolona.

Equivalencia de los agentes liberadores

Método	Concentración de los agentes liberadores
Micro Dist Método Cianuro—1	0,75 ml de 7,11 M H ₂ SO ₄ se añade a 6.0 ml de muestra. Esto da una concentración de muestra en H ₂ SO ₄ : $7,11 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 0,75 \text{ ml} / (6,0 \text{ ml} + 0,75 \text{ ml})$ = 0,79 M H ₂ SO ₄ Esta misma disolución es también 0,79 M en MgCl ₂ · 6 H ₂ O, lo que da una concentración de: $0,79 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 0,75 \text{ ml} / (6,75 \text{ ml total})$ = (0,088 M MgCl ₂ · 6 H ₂ O)
USEPA Método 335.2	50 ml de 9 M H ₄ SO ₅₀₀ se añade a 500 ml de muestra. Esto da una concentración de muestra en H ₂ SO ₄ : $0,9 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 50 \text{ ml} / (500 \text{ ml} + 50 \text{ ml} + 20 \text{ ml})$ = 0,79 M H ₂ SO ₄ 20 ml de una disolución de 510 g MgCl ₂ · 6 H ₂ O/L (2.5 M) se añade también a 500 ml de muestra. Esto da una concentración de: $2,5 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 20 \text{ ml} / (570 \text{ ml total})$ = (0,088 M MgCl ₂ · 6 H ₂ O)
USEPA Método 335.4	50 ml de 9 M H ₄ SO ₅₀₀ se añade a 50 ml de muestra. Esto da una concentración de muestra en H ₂ SO ₄ : $9 \text{ M H}_2\text{SO}_4 \times 5 \text{ ml} / (50 \text{ ml} + 5 \text{ ml} + 2 \text{ ml})$ = 0,79 M H ₂ SO ₄ 2 ml de una disolución de 510 g MgCl ₂ · 6 H ₂ O/L (2.5 M) se añade también a 50 ml de muestra. Esto da una concentración de: $2,5 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} \times 2 \text{ ml} / (57 \text{ ml total})$ = (0,088 M MgCl ₂ · 6 H ₂ O)

Equivalencia de disoluciones de captura

Método	Concentración de disoluciones de captura
Micro Dist Método Cianuro—1	En el método Micro Dist, 1,5 ml de 1,0 M NaOH pasa a ser una disolución de 6,0 ml tras la destilación y la dilución hasta la marca: $1,0 \text{ M NaOH} \times (1,5 \text{ ml} / 6,0 \text{ ml}) = 0,25 \text{ M NaOH}$
USEPA Método 335.2	En la macro destilación, 50 ml de 1,25 M NaOH pasa a ser una disolución de 250 ml tras la destilación y la dilución hasta la marca: $1,25 \text{ M NaOH} \times (50 \text{ ml} / 250 \text{ ml}) = 0,25 \text{ M NaOH}$
USEPA Método 335.4	En la macro destilación 50 ml de 0,25 M NaOH quedan sin diluir.

Método sulfuro-2

Comparación del método Micro Dist Sulfuro-2 y SW-846 método 9030B, revisión 2.

Ambos métodos utilizan una disolución de captura, 0,043 M en acetato de cinc, que contiene 1,60% de formaldehído. La disolución de formaldehído al 37% contiene 10-15% de metanol. Todos los tubos de recogida de sulfuro-1 contienen 2,0 ml de esta disolución de captura.

Fuentes

Método	Fuentes
Cianuro-1	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 335.2. EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • APHA-AWWA-WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. (1998), Method 4500-CN-N., pp 4-0 to 4-34. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), Method 9010B, Revision 2, December 1996, "Total and Amenable Cyanide: Distillation". • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for the Determination of Inorganic Substances in Environmental Samples, Method 335.4. EPA/600/R-93, August 1993. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), Method 9213, Revision 0, December 1996, "Potentiometric determination of cyanide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrodes"
Cianuro -2	—
Cianuro -3 (WAD)	APHA-AWWA-WPCF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed., Method 4500-CN-N., pp 4-0 to 4-34.
Cianuro -5	—
Fenólicos-1	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for the Determination of Inorganic Substances in Environmental Samples, Method 420.4. EPA/600/R-93/100, Revised August 1993. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical / Chemical Methods (SW-846), Method 9065, Revision 0, September 1986, "Phenolics."
Sulfuro -1	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 376.1 (Titrimetric, Iodine), EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 376.2 (Colorimetric, Methylene Blue), EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9030B, Revision 2, December 1996, "Acid-soluble and acid-insoluble sulfides: distillation". • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9215, Revision 0, December 1996, "Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrode"
Sulfuro -2	<ul style="list-style-type: none"> • U.S. Environmental Protection Agency, Methods for Chemical Analysis of Waters and Wastes, Method 376.1 (Titrimetric, Iodine), EPA-600, 4-79-020, Revised March 1983. • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9030B, Revision 2, December 1996, "Acid-soluble and acid-insoluble sulfides: distillation". • U.S. Environmental Protection Agency, Test Methods for Evaluating Solid Wastes (SW-846) Method 9215, Revision 0, December 1996, "Potentiometric determination of sulfide in aqueous samples and distillates with ion-selective electrode"

Método	Fuentes
Amoníaco--1: Método del fenato/ISE	APHA–AWWA–WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. (1998), Method 4500–NH3 D.to H., pp. 4–106 to 4–112.
Amoníaco—2: Método de nesslerización	—
Tritio-1	<ul style="list-style-type: none"> • DOE Method RP580 “Water distillation from soil and aqueous matrices using a microdistillation system for tritium determination”, from “DOE Methods for evaluating environmental and waste management samples”, DOE/EM–0089T, Rev 2, April 1995, U.S. Dept. of Energy. • S. Stieg, “A Miniature Membrane Tube for Rapid Parallel Distillation of Cyanide, Phenolics, Ammonia, Sulfide, Methylmercury, and Tritium from Waters and Solids”, American Environmental Laboratory, v9, no. 10, Nov–Dec 1997, pp10–11.



HACH COMPANY World Headquarters

P.O. Box 389, Loveland, CO 80539-0389 U.S.A.
Tel. (970) 669-3050
(800) 227-4224 (U.S.A. only)
Fax (970) 669-2932
orders@hach.com
www.hach.com

HACH LANGE GMBH

Willstätterstraße 11
D-40549 Düsseldorf, Germany
Tel +49 (0) 2 11 52 88-320
Fax +49 (0) 2 11 52 88-210
info@hach-lange.de
www.hach-lange.de

HACH LANGE Sàrl

6, route de Compois
1222 Vézenaz
SWITZERLAND
Tel. +41 22 594 6400
Fax +41 22 594 6499