


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Procedimiento de ensayo Determinación de Plomo en pintura



AOXLAB S.A.S

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-082 Procedimiento de ensayo Determinación de Plomo en pintura

Copia controlada No.: 1


	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Laura S. Guerra Foronda	Directora Técnica		2024-05-15
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Director de Calidad		2024-05-15
Aprobó:	Laura S. Guerra Foronda	Directora Técnica		2024-05-22
Localización del documento:		Plataforma SGC		

Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2020-06-19	1	Ninguno (versión original).	JEAI	DPP	YELP
Obsoleto	2021-03-23	2	Se adecuo el procedimiento en lo establecido en las normas ASTM E2303-19 Y ASTM E1645-16	ODTC	DPP	YELP
Obsoleto	2021-08-30	3	Se modifica la parte de la digestión, para ajustarla al método de referencia, se actualizo la tabla que detalla el intervalo de calibración instrumental	ODTC	DPP	YELP
Obsoleto	2023-04-15	4	Se modifica la curva de calibración y se actualizan los datos de concentración del stock de Plomo al igual que los estándares de digestión y verificación	CSGN	DPP	YELP
Obsoleto	2023-05-12	5	Se incluye la directriz de verificar anualmente el LOD y LOQ. Se cambia el intervalo de calibración	CSGN	DPP	YELP


	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

			Se actualizan las referencias normativas			
Vigente	2024-05-22	6	Se indica preparación del stock de metales traza 1. Se incluye el uso del FOR-TC-155. Se ajustan los ítem de adición de ácidos, y tratamiento posterior a la digestión. Se incluye nota aclaratoria para el aforo de las muestras que quedan con espuma después de la digestión). Se ajustan las indicaciones para preparación de la curva de calibración. Se indica el modelo de cálculo para las muestras, forma de reporte y se incluyen los controles de calidad para el proceso de lectura.	LSGF	APPP	LSGF

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

ÍNDICE

1.	OBJETIVO Y ALCANCE.....	5
1.1	Objetivo.....	5
1.2	Alcance.....	5
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	5
2.1	Definiciones.....	5
2.2	Notaciones.....	6
3.	REFERENCIAS.....	7
4.	DESARROLLO.....	7
4.1	Principio del método.....	7
4.2	Manejo de ítems de ensayo.....	8
4.2.1	Inspección visual.....	8
4.2.2	Estabilización.....	8
4.2.3	Verificación de equipos.....	8
4.2.4	Medidas de seguridad.....	9
4.2.5	Lavado y purga de vidriería.....	9
4.3	Equipos.....	9
4.4	Reactivos y/o soluciones.....	10
4.5	INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	11
4.5.1	Preparación de muestras para digestión microondas.....	11
4.5.2	Preparación de la curva estándar de metales traza 1 (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Se, Sn).....	13
4.3	Análisis de resultados.....	16
4.4	ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD.....	17
5	RESPONSABILIDADES.....	18
	Director técnico.....	18
	Líder de Calidad.....	19
	Líder de Laboratorio.....	19
	Analista.....	19
6	FORMATOS RELACIONADOS.....	20
7	ANEXOS.....	20

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar la determinación de plomo en pintura, de acuerdo con los lineamientos establecidos por ASTM E1645-21 [1], ASTM E3203-21 [2] y siguiendo los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [3].

1.2 Alcance

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método
Determinación de Plomo en pintura	ASTM E1645-21 [7] ASTM E3203-21 [2]	Digestión asistida por microondas ICP - OES

Este método se aplica a las siguientes matrices:

- Pintura en polvo
- Pintura en escamas (Flakes)
- Pintura líquida

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Calibración [4].

Operación que, bajo condiciones especificadas, en un primer paso, establece una relación entre los valores de las magnitudes con su incertidumbre de medición provista por patrones de medición y las indicaciones correspondientes con incertidumbres de medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación.


Desviación Estándar Relativa (DSR%) [6].

Estimador del grado de dispersión de medidas repetidas. Se calcula como

$$DSR \% = \frac{D.S.}{\bar{x}} \times 100$$

Donde D. S. es la desviación estándar de las réplicas y \bar{x} es el promedio de estas

Error relativo porcentual (E. R. %) [6].

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Estimador del sesgo de una medición. Se calcula como

$$b\% = E.R.\% = \frac{\bar{x} - x_{ref}}{x_{ref}} \times 100$$

Donde x_{ref} es el valor teórico o aceptado como verdadero y \bar{x} es el promedio de estas

Ensayo/prueba [3].

Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento

Procedimiento [3].

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

Plomo [5]

Elemento químico (Pb), número atómico 82 y peso atómico 207.19. El plomo es un metal pesado de color azulado, que se empaña para adquirir un color gris mate. Es flexible, inelástico, se funde a 327.4°C y hierve a 1725°C. Las valencias químicas normales son 2 y 4. Es relativamente resistente al ataque de los ácidos sulfúrico y clorhídrico sin embargo se disuelve con lentitud en ácido nítrico. El plomo es anfótero, ya que forma sales de plomo de los ácidos, así como sales metálicas del ácido plúmbico. El plomo forma muchas sales, óxidos y compuestos organometálicos. El uso más amplio del plomo, como tal, se encuentra en la fabricación de baterías. Otras aplicaciones importantes son la fabricación de tetraetilplomo, forros para cables, elementos de construcción, pigmentos, soldadura suave y municiones balísticas. A nivel biológico es un metal tóxico y la intoxicación por Plomo se denomina saturnismo o plumbosis.


El Plomo puede causar varios efectos no deseados, como son:

- Perturbación de la biosíntesis de hemoglobina y anemia
- Incremento de la presión sanguínea
- Daño a los riñones
- Abortos y abortos sutiles
- Perturbación del sistema nervioso
- Daño al cerebro
- Disminución de la fertilidad del hombre a través del daño en el esperma
- Disminución de las habilidades de aprendizaje de los niños
- Perturbación en el comportamiento de los niños, como es agresión, comportamiento impulsivo e hipersensibilidad.

El Plomo puede entrar en el feto a través de la placenta de la madre. Debido a esto puede causar serios daños al sistema nervioso y al cerebro de los niños por nace

2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

“Laboratorio”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.

“Servicios”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“Ítem”: se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.

3. REFERENCIAS.

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] Norma internacional ASTM E3203-21. Standard Test Method for Determination of Lead in Dried Paint, Soil, and Wipe Samples by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)
- [3] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.
- [4] VIM: 2012, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.
- [5] Tomado de lenntech <https://www.lenntech.es/periodica/elementos/pb.htm>.
- [6] PROC-TC-012 Procedimiento de validación o verificación de método analíticos
- [7] Norma internacional ASTM E1645-21 Standard Practice for Preparation of Dried Paint Samples by Hotplate or Microwave Digestion for Subsequent Lead Analysis¹.
- [8] Methods Library for MAXI-44 easyTEMP HIGH-THROUGHPUT ROTOR, MILESTONE


4. DESARROLLO.

4.1 Principio del método

La serie iCAP 7000 es una gama de espectrómetros de emisión óptica de plasma de argón acoplados inductivamente (ICP-OES) que utilizan un diseño óptico tipo Echelle y un detector de estado sólido de dispositivo de inyección de carga (CID) para medir las concentraciones elementales de trazas en una amplia gama de muestras.

La materia orgánica presente en las muestras es oxidada en medio ácido (ácido nítrico y/o ácido clorhídrico), en un recipiente cerrado y utilizando una fuente de microondas para acelerar la reacción de oxidación.

Las disoluciones líquidas se bombean al espectrofotómetro ICP-OES, a través de un nebulizador para producir una pulverización fina. La muestra nebulizada pasa mediante la cámara de nebulización ciclónica al tubo central de la antorcha de plasma. El disolvente se evapora y la muestra residual se descompone en átomos e iones que son excitados

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

por el plasma generado por radio frecuencia (RF) a 9000 K que emitirá un conjunto único de longitudes de onda para cada elemento a medida que se descomponen hasta un estado energético inferior. Se mide la intensidad de esta onda y esta corresponderá finalmente a la concentración del elemento buscado en la muestra original.

4.2 Manejo de ítems de ensayo

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte del ítem de ensayo, se siguen las instrucciones dadas en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

4.2.1 Inspección visual.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, esta es inspeccionada con el fin de verificar que las condiciones de cantidad, empaque y preservación se mantienen, conforme lo indicado en el procedimiento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de los ítems bajo servicio".

Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que se cuenta mínimo con 5 gramos de muestra para realizar el análisis. La muestra debe estar correctamente homogenizada.

4.2.2 Estabilización.


Los ítems de ensayo, patrones y controles de calidad deben atemperarse con suficiente antelación de tal manera que se encuentren en equilibrio térmico con el ambiente en el cual se ejecutaron los ensayos.

La balanza analítica y otros equipos electrónicos que realicen mediciones de alguna magnitud correspondiente a condiciones de influencia en la ejecución del ensayo deben encenderse con un tiempo prudente para estabilizar la condición.

4.2.3 Verificación de equipos.

A fin de confirmar que los equipos a utilizar en el ensayo se encuentran en condiciones adecuadas para realizar el servicio, se inspecciona que se haya realizado la verificación diaria de la balanza analítica y las verificaciones de las micropipetas y dosificadores que se usaran. Para asegurar la calidad de los resultados, es necesario que el iCAP 7000 *Series* cuente con el mantenimiento preventivo de acuerdo con la periodicidad especificada en los programas de mantenimiento del laboratorio.

La alineación de la antorcha se realiza cada vez que se desmonta la antorcha para limpieza y/o cada vez que al optimizar el espectrómetro la línea base este fuera del rango (-1.0, 1.0). Este procedimiento debe realizarse con solución de Zn de 2 mg/L, tal como se describe en el instructivo (INS-TC-002).

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Antes de iniciar el encendido del iCAP, abrir el paso del argón en el manómetro desde una presión mínima aproximada de 20 psi hasta 80 psi durante 10 minutos, encender el iCAP y esperar a que la óptica se estabilice (*Interlock Optics Temperature* en verde). Revisar los interlocks del software Qtegra de acuerdo con el instructivo de operación del ICP-OES Thermo iCAP 7000 (INS-TC-002).

4.2.4 Medidas de seguridad.

Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar ningún parámetro.

Tener en cuenta las instrucciones dadas en el reglamento interno de trabajo PROC-GC-015 Reglamento Interno AOXLAB S.A.S, capítulo XIII.

4.2.5 Lavado y purga de vidriería.


El área de metales pesados debe garantizar que la vidriería esté libre de trazas elementales, para ello a todo el material para ensayo y accesorios de vidrio del ICAP se les realiza un lavado inicial con jabón neutro, seguido por un enjuague con agua tipo I. Cuando la vidriería del área se utilice para analizar muestras con altos contenidos de metales que potencialmente puedan quedar incrustados en la matriz del cristal, se hará el lavado inicial descrito y posteriormente se purgará el material con ácido nítrico al 5%. En el caso de manchas o suciedad adherida a la vidriería se dejará el material remojando en agua regia por 24 horas (si se trata de accesorios del ICAP) o con mezcla sulfocrómica para el resto del material. La preparación de estas soluciones se indica en el numeral 4.2 Preparación de soluciones del PROC-TC-026 Procedimiento de limpieza y desinfección de material de vidrio del laboratorio.

Preparación agua regia: La solución altamente reactiva es una mezcla en proporción 1:3 de HCl:HNO₃, preparar la cantidad adecuada según el volumen de vidriería a lavar. La solución puede usarse hasta que pierda la coloración anaranjada intensa.

4.3 Equipos

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes patrones de referencia, equipos y componentes clave:


- Balanza analítica con resolución de 0,1 mg
- Digestor microondas ETHOS UP (#253)
- Beakers de diferentes tamaños
- Balones de aforo de 25 mL, 50 mL, 100 mL, 150 mL y 200 mL.
- Micropipetas monocal de volumen variable de 200 µL, 1000 µL y 10 mL.

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

- Puntas para micropipetas de 200 µL, 1000 µL y 10 mL.
- Tubos plásticos con tapa (tubos falcon) para centrifuga de capacidad de 50 mL y 15 mL
- Espectrómetro ICP-OES con Automuestreador – iCAP 7000 *Series* (#246)
- Jeringas plásticas desechables de 5 mL
- Filtros pre-jeringa hidrofílicos PVDF con un tamaño de poro de 0.45 µm de diámetro
- Chiller ThermoFlex 900 (#247)
- Tubos de ensayo PVDF para automuestreador de 10 y 15 mL de lisos
- Argón grado cromatográfico 5.0
- Kit de inyección de muestras Thermo: antorcha, nebulizador, tubo inyector, mangueras de desecho y muestras, cámara de nebulización, codo, base de antorcha, tubo inyector.

4.4 Reactivos y/o soluciones

- 4.4.1 **Agua de alta pureza, tipo I.** Para preparación de mezclas y/o dilución.
- 4.4.2 **Ácido nítrico (HNO₃) 65% (w/v).** Nanopure o equivalente, libre de trazas de metales.
- 4.4.3 **Ácido clorhídrico (HCl), 37% (w/v).** Fumante o equivalente, libre de trazas de metales.
- 4.4.4 **Estándar certificado de Plomo 1000mg/L.** grado ICP o equivalentes.
- 4.4.5 **Solución de ácido nítrico 2%.** En un balón de 1000 mL adicionar 31 mL de ácido nítrico 65 %. Llevar a volumen con agua tipo I.
- 4.4.6 **Solución de ácido nítrico 10%.** En un balón aforado de 1000 mL adicionar, cuidadosamente, 154 mL de ácido nítrico 65%. Aforar con agua tipo I.
- 4.4.7 **Set up solution Zinc 2 mg/L.** Thermo Scientific. Alternativamente puede prepararse de la siguiente manera: En un balón de 250 mL adicionar cuidadosamente 0.5 mL de solución certificada de zinc de 1000mg/L y aforar con ácido nítrico 2%.
- 4.4.8 **Solución de Ytrio de 10 mg/L:** En un balón de 50 ml adicionar 0,5 ml de solución certificada de Itrio de 1000 mg/L, medidos con ayuda de una micropipeta de 1 ml. Aforar con solución de ácido nítrico al 2%.
- 4.4.9 **Solución stock mezcla metales Traza 1 (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Se, Sn) de 5000 µg/L (5ppm).**

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Empleando una micropipeta de 1 mL, tomar alícuotas de 250 µL (0,25mL) de los estándares certificados de 1000 mg/L de cada metal, agregar 0,5 mL stock Au (1000 µg/L) para estabilizar el Hg de la solución; del mismo modo agregar 0,5 ml de HCl Suprapur 30% para estabilizar el Pb y el As de la solución, transferirlas a un balón de 50 mL y aforar con solución de ácido nítrico 2%.

Realizar la corrección por pureza respectiva según el COA de cada estándar y usando el SOFT-TC-155, Formato para cálculo de las concentraciones de los estándares de la curva de calibración.

NOTA. La preparación de estas soluciones debe registrarse en la plataforma analítica. Una vez diligenciada, se genera el formato FOR-TC-045 de acuerdo con lineamientos del procedimiento PROC-TC-056. Las soluciones preparadas de metales pesados deben almacenarse a 4 °C.

4.5 INSTRUCCIONES DE ENSAYO

4.5.1 Preparación de muestras para digestión microondas


4.5.1.1 Recomendaciones y advertencias generales

Durante cada paso de este procedimiento debe evitarse cualquier contaminación con el elemento que se determinará. Antes de usar el digestor, lea atentamente el manual de funcionamiento de este y las instrucciones de seguridad para su correcta operación. Debe prestarse especial atención al riesgo que representan los óxidos de nitrógeno que se generan durante el proceso de digestión, por lo que debe usarse la campana de extracción para manipular el ácido nítrico concentrado. *No debe usarse ácido perclórico para las digestiones a presión, ni siquiera en pequeñas cantidades pues es inestable y explosivo a temperaturas mayores de 150°C.*

Al iniciar la digestión, las muestras en el digestor absorberán energía en forma de radiación microondas, debe asegurarse que el material este completamente cubierto por los ácidos de digestión, debe evitarse que la muestra se adhiera a las paredes del tubo del digestor procurando que quede alojada en el fondo de este. Las muestras que absorben energía de microondas y no están completamente cubiertas por el ácido, pueden generar un sobrecalentamiento del recipiente. El digestor tiene un sensor de temperatura que detendrá el proceso si esto ocurre. Sin embargo, deben tomarse las precauciones necesarias pues un sobrecalentamiento descontrolado de la muestra puede generar explosiones y/o daños en el equipo

4.5.1.2 Preparación de la muestra

Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que se cuenta mínimo con 5 gramos de muestra, debe asegurarse que la porción de material a analizar este correctamente

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

homogenizada de acuerdo con los procedimientos del laboratorio. Según el método de referencia pese de 0,25 a 0,50 g de muestra de pintura. Como alternativa pueden usarse los pesos de muestra recomendados por el fabricante del digestor (Anexo 1).

Registrar el peso de la muestra con exactitud de 0.0001 g en el formato FOR-TC-155 "Formato para el registro de las digestiones para metales". En este mismo formato, consignar la cantidad de ácidos empleados en la digestión asegurando la trazabilidad del procedimiento de acuerdo con las políticas del laboratorio. Colocar el respectivo código de muestra sobre las chaquetas de los tubos con un sticker. No realizar ninguna marca sobre la superficie de los tubos o las chaquetas. Registre la posición que tendrá de cada muestra dentro del carrusel del digestor (numerados del 1 al 44). Complete el registro de datos en el FOR-TC-155

4.5.1.3 Adición de ácidos

Agregue 4 mL de ácido nítrico suprapur al 65% y para digestiones de metales trazas contaminantes como el plomo, es necesario la adición de HCl, que evita pérdidas por adsorción a las paredes de los tubos del digestor y asegura que los elementos sigan disueltos en la mezcla, por lo que deben adicionarse al menos 0,5 mL o 1 mL de HCl [37%], agregar el HCl después de agregar el HNO₃ y tapar inmediatamente los tubos para evitar perder el gas cloro que se genera.


Preparación estándar de digestión: Al tubo del digestor agregar 0,750ml del stock metales traza 1 (numeral 4.4.9). Adicionar 4 mL de HNO₃ [65%] y 1,0 mL de H₂O₂ [30%]. Al finalizar la digestión, adicionar 0,25ml del estándar interno de Itrio (numeral 4.4.8) y afore a 25mL con agua tipo I.

Finalmente inserte los tubos en el carrusel del digestor, ajuste la tapa rosca, coloque cada uno en la posición definida en el carrusel, programe la rampa de calentamiento, diligencia la tabla de posiciones del digestor, cierre la puerta e inicie el proceso de digestión (véase INS-TC-003).

NOTA: Finalizado el ensayo los tubos del digestor deben lavarse con jabón neutro, secarse con toallas absorbentes limpias y debe asegurarse de eliminar cualquier residuo que se hubiese adsorbido en los tubos llevando los tubos a calentamiento por al menos 6 horas a 160 °C o toda la noche a 105°C.




4.5.1.4 Rampa de digestión (Temperatura y tiempo)

Para asegurar una correcta digestión debe alcanzarse una temperatura de al menos 180°C y mantenerse por lo menos por 20 minutos, temperaturas más altas garantizan una menor cantidad de carbono residual y de interferentes. El digestor Ethos UP (#253), cuenta con rampas de digestión preconfiguradas para las matrices más comunes que se analizan en el laboratorio, las cuales se pueden consultar en el manual de aplicaciones del fabricante [8].

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

El programa o rampa de digestión más usado, que aplica para las matrices mencionadas en el numeral 4,5,1,3, es el siguiente:

Figura 1. Rampa de digestión para el Ethos up

Nº	t	MW [W]	T2 [°C]	
1	00:20:00	1800	200	
2	00:15:00	1800	200	

4.5.1.5 Enfriamiento y tratamiento posterior a la digestión


Al finalizar la digestión, para reducir el exceso de presión, activar el rotor del digestor para acelerar el enfriamiento de las muestras y asegurarse que la temperatura de los tubos sea menor a 40 °C. Una vez atemperados, abra la puerta del digestor y retire uno a uno los vasos de digestión, ubicándolos dentro de la campana de extracción, realice la apertura de los vasos, de acuerdo con las instrucciones establecidas en el instructivo INS-TC-003, empleando nuevamente la llave de torque.

Abrir con cuidado evitando generar salpicaduras, espere a que el gas de color marrón se disipe y transfiera el contenido del tubo de digestión a un balón volumétrico de 25mL (también se pueden usar tubos falcon), purgue el vaso del digestor con agua tipo I, asegurando que toda la muestra digerida sea transferida. Adicione 0,25ml de solución stock del estándar interno de Itrio de 10mg/L (numeral 4.4.8) y afora a 25 mL con el agua tipo I. Verifique que el volumen de muestra digerado sea consistente con el volumen inicial de ácidos agregados, una reducción obvia del volumen significará que el tubo a presión no estaba hermético y que se perdió muestra, repita la digestión en estos casos. Continúe con el análisis instrumental, de acuerdo con el ensayo a ejecutar a cada muestra según el instructivo de operación del ICP-OES Thermo iCAP 7400 (INS-TC-002).

NOTA: Cuando se observe al transferir el contenido del tubo al balón, que en la superficie del líquido hay un poco de espuma, llevar a ultrasonido para eliminarla, antes de aforar el volumen, ya que esto puede generar un mal aforo y por lo tanto error en el resultado.

4.5.2 Preparación de la curva estándar de metales traza 1 (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Se, Sn)

Tomar balones aforados de 50 mL y con ayuda de micropipetas de capacidad adecuada, transferir alícuotas de solución stock mezcla metales traza 1 de 5000 mg/L según indica la tabla 4. Luego, adicionar 0,50 mL Solución de Itrio de 10 mg/L en cada balón y finalmente, llevar a volumen con solución de ácido nítrico al 2%.

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500µL del stock mezcla metales traza 1 (numeral 4.4.9) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 4.4.8). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

STD	[mg/L]	Stock metales traza 1 (µL)
0	0.0	0
1	0.0025	25
2	0.0100	100
3	0.0250	250
4	0.05	500
5	0.10	1000
6	0.15	1500
7	0.20	2000
8	0.30	3000
*Control	0.15	1500

Tabla 1. Curva de calibración metales traza 1

4.2.1.1 Lectura instrumental

Realizar la lectura instrumental de la curva de calibración, blancos, estándares de verificación, estándares de digestión y muestras en el Espectrofotómetro ICP – OES, de acuerdo con el instructivo INS-TC-002.

El orden de lectura de las muestras debe realizarse de tal manera que se lean primero las muestras con bajos contenidos y posteriormente aquellas con altos contenidos de metales. Debe programarse en el labBook los QC, Quality Control Test requeridos, de los que ofrece el software (Figura 1), y definir las reglas para cada uno de ellos, como se indica en la Figura 2.

Revisar que las lecturas de las muestras entren dentro del rango de la curva de calibración. Para los valores menores al punto más bajo de la curva, estos se toman como menores al LOQ (límite de cuantificación) y para los valores mayores al punto más alto de la curva, realizar la dilución correspondiente para que el valor caiga dentro de la curva, idealmente por los valores medios, y proceder a leer.

Nota: Revisar siempre, para cada lectura realizada, el porcentaje de recuperación del estándar interno de Itrio, ya que este es el que nos indica lo que le pasa a la muestra en todo el proceso de lectura.



	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Figura 2. Test de control de calidad, QC, ofrecidos por el Software Qtegra

Quality Control Tests	
Name	Description
Blank Tests	
CCB	Continuing Calibration Blank
ICB	Initial Calibration Blank
MTB	Memory Test Blank
PRB	Preparation Blank
Calibration Tests	
CCV	Continuing Calibration Verification
ICV	Initial Calibration Verification
LCS	Laboratory Control Standard
QCS	Quality Control Standard
Paired Sample Tests	
DUP	Duplicate
SER	Serial Dilution
Paired Sample Tests (EPA)	
DUP EPA	Duplicate (EPA)
SER EPA	Serial Dilution (EPA)
Spike Tests	
LFB	Laboratory Fortified Blank
MXS	Matrix Spike
PDS	Post Digestion Spike

Figura 3. Reglas para los fallos de los test de control de calidad, QC.



Test details for CCB					
Number of analyte failures to generate a QC failure:	1				
Number of analyte warnings to generate a QC Failure:	1				
If this QC fails	Ignore and continue from the next sample 1 times				
If this QC fails again	Ignore and continue from the next sample 1 times				
If this QC fails a final time	Recalibrate, recalculate and reacquire from a previous sample 1 times				
<div style="border: 1px solid gray; padding: 2px;"> Ignore and continue from the next sample Rinse and repeat test Recalibrate, recalculate and reacquire from a previous sample Autotune, recalibrate, recalculate and reacquire from a previous sample Pause the experiment and wait for restart. Abort the LabBook and continue with the queue </div>					
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Enabled</th> <th>Analyte</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Enabled	Analyte		
Enabled	Analyte				

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22


Programar el LabBook de la siguiente manera:

Orden de programación	Nombre	Corresponde a
1	BLK	Blanco
2	STD	Lectura de la curva de calibración
3	QC - MTB	Blanco de efecto memoria
4	QC - ICV	Estándar de verificación inicial de la calibración
5	QC - CCB	Blanco de calibración continua
6	QC - ICV	Estándar de verificación inicial de la calibración
7	QC - CCB	Blanco de calibración continua
8	Muestras	Bloque de 10 muestras
9	QC - CCB	Blanco de calibración continua
10	QC - CCV	Estándar de verificación de calibración continua (cada 10 muestras)
11	Muestras	Bloque de 10 muestras
12	QC - CCB	Blanco de calibración continua
13	QC - CCV	Estándar de verificación de calibración continua (cada 10 muestras)
14	Muestras	Bloque de 10 muestras
15	QC - CCB	Blanco de calibración continua
16	QC - CCV	Estándar de verificación de calibración continua
17	QC - QCS	Estándar de control de calidad (uno por batch)

4.3 Análisis de resultados

El software Qtegra arroja las lecturas de las muestras en concentraciones en mg/L en la pestaña  **Concentrations**. En la pestaña  **Sample List** se pueden ingresar los pesos, volúmenes y factores de dilución de las muestras y el software realiza el cálculo y arroja el resultado final en mg/Kg.

Para los resultados de metales, cuyos valores arrojados sean menores al punto más bajo de la curva, no se le pone el peso y el volumen en el software, ya que no se debe realizar

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

cálculo, puesto que no son valores cuantificables. En este caso, el valor a reportar es <LOQ, o menor al punto más bajo de la curva.

El modelo de cálculo usado es el siguiente:

$$C(mg/Kg) = lectura (mg/L) \times \frac{Vmuestra (mL)}{Wmuestra (g)} \times \frac{1L}{1000ml} \times \frac{1000g}{1Kg} \times FD$$

Posteriormente los resultados en mg/Kg de las muestras y los resultados de los estándares de digestión y de verificación deben ser ingresados en el cuadro de mando SOFT-TC-059 Cuadro de mando para el ensayo de Metales Pesados. En este documento se valida el cumplimiento de la exactitud de los estándares de digestión y verificación, el cumplimiento de la precisión para los duplicados y se obtienen los resultados en unidades de mg/100g, así como las correcciones de resultados con la densidad, cuando sea necesario.

4.4 ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD


El coeficiente de correlación del modelo de ajuste de regresión lineal de la calibración del equipo ICP – OES debe ser mayor o igual a 0.998.

El porcentaje de recuperación del estándar de verificación inicial de la calibración debe estar entre 80% y 120% para todos los elementos cuya lectura instrumental se realice interpolando en la curva de calibración (0,50 mg/L a 60.0 mg/l), empleando como control el estándar que contendrá elementos a un nivel de concentración de 30 mg/L. Para aquellos elementos cuya concentración se haya leído en el intervalo 0.0025 mg/L - 0.3 mg/L (Estándar de control de 0.15 mg/L), el intervalo de aceptación será una recuperación entre 80% y 120%.

La desviación estándar relativa de tres integraciones para cada lectura debe ser menor o igual a 7% para valores superiores al límite de cuantificación

Para asegurar y controlar la validez de los resultados, se debe preparar y analizar:

- Para cada lote de ensayo, si el elemento está habitualmente presente en las muestras, ensayar un duplicado por matriz (un lote de ensayo corresponde a un día de análisis). Como criterio general, la desviación relativa porcentual (RPD) no debe ser mayor del 10%. Además de lo anterior, al realizar el análisis de tendencias en la carta control de precisión, debe mostrar que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico. Es decir, no deben detectarse tendencias, de acuerdo con lo establecido en el procedimiento PROC-TC-077.
- Para cada lote de análisis, ensayar un blanco de reactivos y un blanco de método. Es decir, un blanco sometido al proceso de digestión ácida y un blanco

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22


preparado sin digestión. Como criterio de aceptación el control no debe mostrar concentraciones superiores a la mitad del estándar de calibración más bajo, para cada metal cuyo resultado se va a reportar.

- En cada lote de análisis, se debe verificar la eficiencia de la digestión (recuperación de estándares) preparando un estándar que contenga todos los elementos a cuantificar en el lote de análisis, en una cantidad equivalente al punto medio del rango de calibración para cada metal preparado. Como criterio general, el error relativo porcentual (ER%) no debe ser mayor del 15% y para el caso de metales traza (Cd, Pb, Cr, Ni, Sn) no debe ser superior al 35%. Además, al realizar el análisis de tendencias en la carta control de exactitud, debe mostrar que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico. Es decir, no deben detectarse tendencias, de acuerdo con lo establecido en el procedimiento PROC-TC-077.
- Respecto a la validez de la curva de calibración se establece como criterio de aceptación que la concentración obtenida de la interpolación de los estándares en el modelo de ajuste no debe diferir en más de un 5% con respecto de su valor teórico.
- El uso e idoneidad del material de referencia certificado a usar dependerá de la disponibilidad y de los detalles de la especificación analítica. La cantidad de material de referencia que se debe pesar ha de ser congruente con los lineamientos de la sección 2.5.1.2 para preparación de muestras. Se debe preparar (digestar) material de referencia fresco cada vez que se requiera su uso como control de calidad. Para matrices alimentarias el material de referencia debe leerse 2 veces al mes en lecturas aleatorias. DEBE incluirse en el montaje de digestión de muestras interlaboratorio.
- Anualmente debe verificarse el límite de detección, de acuerdo con las directrices establecidas en el procedimiento PROC-TC-012 Procedimiento de validación o verificación de método analíticos, empleando mínimo 7 ensayos para la correspondiente evaluación.

5 RESPONSABILIDADES.

Director técnico.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.
- Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante el desarrollo de los ensayos.
- Realizar o revisar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método y autorizar las indicaciones a seguir.

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

- Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

Líder de Calidad.


- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Realizar y registrar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método.
- Archivar los registros técnicos relacionados con los ensayos.

Líder de Laboratorio.

- Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.
- Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis.

Analista.

- Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Digitar los resultados de los ensayos en la plataforma para el reporte de resultados.
- Aplicar el presente documento.
- Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio
- Ingresar y entregar todos los resultados en los tiempos pactados.
- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.
- Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados en los cuadros de mandos, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas control.
- Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad y hacer el análisis de tendencias de estos.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al líder de laboratorio las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder del laboratorio.

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

- Informar cualquier incidente que suceda durante la realización del método.
- Revisar que los equipos usados en el desarrollo del método tengan mantenimiento, calibración y/o verificación vigente, de acuerdo con el programa de mantenimiento y calibración.

6 FORMATOS RELACIONADOS.

SOFT-TC-059 Cuadro de mando para el ensayo de metales.

FOR-TC-045 Formato para el registro de información y asignación de lote de las soluciones preparadas para uso en los ensayos

FOR-TC-155 formato para el registro de las digestiones para metales.

SOFT-TC-155 Formato para cálculo de las concentraciones de los estándares de la curva de calibración


PROC-TC-077 Procedimiento de elaboración de gráficos de control

INS-TC-002 Instructivo operación del del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400.

INS-TC-003 Instructivo de operación del digestor por microondas Milestone ETHOS UP.

7 ANEXOS.

Anexo 1. INSTRUCCIONES Y RECOMENDACIONES DIGESTOR MICROONDAS

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

8 MAXI-44 rotor Tips and Techniques

8.1 General working specifications

Sample amount

- Maximum sample amount: 500 mg (of organic dried matter)

Volumes

- Minimum volume: 5 mL
- Maximum working volume: 50 ml

Temperature

- Maximum working temperature: 200°C
- Maximum holding time at maximum working temperature: 30 minutes

Pressure

Maximum working pressure: 35 bar

Acid solutions

MAXI-44 vessels are able to perform digestions with all kind of acids mixtures. Most common acids used for sample preparation are: HNO₃, HCl, HF, HBF₄, H₂SO₄, H₃PO₄, HClO₄, H₂O₂



8.2 MAXI-44 Vessels


Each closed, microwave sample preparation vessel is actually a system of components. They function in tandem to provide :

A closed, clean environment for containing the sample during processing, thereby preventing contamination;

A closed container that prevents loss of volatile species, even when processing materials at temperatures far above the normal boiling point of the mixture;

A closed container that minimizes the use of expensive acids/solvents;

A system that can safely release (vent) over-pressure in the vessels, then reseal the vessel and continue the microwave process until completion.

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

4.2 Vessel closure and installation

No special closure tool is required to close the vessel, but you can perform it by hands.

Place the little cover on the vessel. The pin on the cover must face up.



Screw the thread cover on the vessel.



Place the closed vessel in the rotor.




A minimum number of 8 vessels must be introduced in the cavity



For a better performance of the Infrared Temperature Control (IR-TC) sensor, in case of free rotor positions, vessels must be distributed as homogeneous as possible and firstly on the outer circle positions.

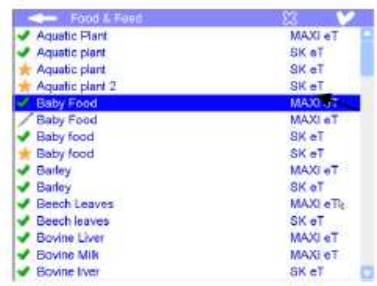


	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

Introduce the rotor in the unit.



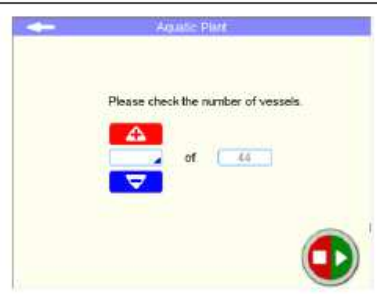
Select a method from the software library (the method should be marked with "eT").



Start the digestion method, and introduce the number of vessels that you have loaded on the rotor plate and wait the end of the program.



A minimum of 10 vessels must be indicated to have a better functionality of the system.



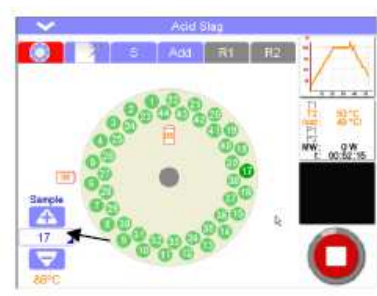
Press start and wait the end of the digestion program. It's possible to monitor the internal temperature of each vessels from the sample list / rotor window (see the Ethos UP user manual for more details).


Wait for the end of the digestion program.



Warning

Open the vessels only when the internal temperature is 80°C




	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22





4.4 Vessel removal

For an easy removal of vessels (one by one) from rotor body, use **the MAXI-44 Support (LC000365)**.

<p>Fix the MAXI-44 support to your ETHOS unit as shown in the pictures</p>	
<p>Move the rotor out of the cavity.</p>	
<p>Remove the vessels one by one.</p>	

	Procedimiento de ensayo Determinación de plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 6
		Inicio de vigencia: 2024-05-22

For a fast removal of all vessels from rotor body, see the following instructions

<p>Untighten the screw nut on the top plate.</p>	
<p>Drag out the top plate by the handle with the vessels facing up.</p>	
<p>Place the lifting plate with the vessels on the samples holder.</p>	
<p>During the opening of the vessels, some fumes could come out from the vessels. Point the vessels in the direction of suction of the fume hood.</p>	

aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de Plomo en pintura AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-082
		Revisión: 3
		Inicio de vigencia: 2021-08-30