


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10


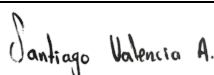

Procedimiento de ensayo para la determinación de metales en agua mediante generador de hidruros - ICP-OES

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10


DOCUMENTO CONTROLADO
PROC-TC-150 Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por generador de hidruros ICP-OES

Copia controlada No.: 1


	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Manuel Salgado	Analista laboratorio		2025-12-05
Revisó:	Santiago Valencia	Coordinador técnico		2025-12-09
Aprobó:	María Carme Domínguez	Directora técnica		2025-12-10
Localización del documento:	Plataforma SGC			

Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2024-09-19	1	Ninguno (versión original).	JOZA	APPP	JOZA
Vigente	2025-12-10	2	<ul style="list-style-type: none"> - Se elimina un punto de la curva, quedando un total de 7 puntos. - Se establece una concentración para el estándar de verificación de 0,003 mg/L. - Se fija la concentración de los adicionados de muestra en 0,003 mg/L. - Se amplía y detalla de manera más específica el procedimiento para la preparación de la solución de borohidruro. - Se elimina la sección correspondiente a la preparación de cloruro 	MCSG	SVA	MCDG


	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

			estañoso, dado que no es necesaria para el desarrollo del método. – Se define el orden del labbook y el contenido requerido para cada lectura, con el fin de estandarizar el registro y asegurar la trazabilidad del análisis.			
--	--	--	---	--	--	--

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

INDICE

1.	OBJETIVO Y ALCANCE.	5
1.1	Objetivo.	5
1.2	Alcance.	5
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.	5
3.	REFERENCIAS.	5
3.1	Principio del método.	6
3.2	Manejo de ítems de ensayo.	6
3.2.1	Inspección visual.	6
3.2.2	Estabilización.	6
3.2.3	Verificación de equipos.	6
3.2.4	Medidas de seguridad.	7
3.3	Equipos y materiales.	7
3.4	Reactivos y/o soluciones.	7
3.5	INSTRUCCIONES DE ENSAYO	8
3.5.1	Preparación y tratamiento de las muestras.	8
3.5.2	Preparación de las curvas de calibración.	11
3.5.3	Montaje del sistema de vapor (Generador de hidruros).	11
3.5.4	Lectura instrumental.	17
3.6	ANÁLISIS DE RESULTADOS	20
3.7	ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	20
4.	RESPONSABILIDADES.	22
5.	FORMATOS RELACIONADOS.	23
6.	ANEXOS.	24

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar la determinación de mercurio en agua usando el generador de hidruros y la técnica de emisión atómica por plasma inductivamente acoplado (ICP-OES) con una previa digestión ácida a presión asistida por microondas, de acuerdo con los parámetros de los métodos normalizados EPA 3015A de 2007 [2], SM 3112 B modificado [3], EPA 6010D de 2018 [1] y los límites máximos permitidos según resolución 2115 de 2007 [4].

1.2 Alcance.

Este método de ensayo es aplicable a:

- Aguas naturales
- Aguas potables
- Aguas envasadas

Tabla 1. Intervalo de trabajo para determinación de metales por ICP-OES


Metal	Rango de calibración, mg/L	Línea de emisión (nm)
Mercurio (Hg)	0,0005-0,0200	184.950 {482}

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

Para el presente documento aplicara las definiciones y notaciones establecidas en el numeral 2.1 del procedimiento PROC-TC-012, procedimiento de validación o verificación de métodos analíticos.

3. REFERENCIAS.

- [1] U.S. EPA. 2018. "Method 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry," Revision 4. Washington, DC.
- [2] U.S. EPA. 2007. "Method 3015A (SW-846): Microwave Assisted Acid Digestion of Aqueous Samples and Extracts," Revision 1. Washington, DC
- [3] SM 3112 B: Cold-Vapor Atomic Absorption Spectrometric Method. Standard Methods edition 24th 2023.
- [4] Resolución 2115 – 2007 "Por medio de la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano". Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial y ministerio de protección social. 2007.
- [5] International Organization for Standardization. (2023). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO Standard No. 17025:2017).
- [6] International Organization for Standardization. (2023). Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary (ISO Standard No. 9000:2015)
- [7] Centro Español de Metrología Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. 3ª edición en español (2012).

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

DESARROLLO.

3.1 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 el kit básico de generación de hidruro, simplemente introduce una solución reductora y soluciones de muestra acidificadas que contienen 3,6 p/p % de HCl a través de un conector en T utilizando tres canales de la bomba peristáltica del Thermo Scientific™ iCAP PRO ICP-OES al nebulizador. Este sistema tiene la ventaja de permitir que se analicen simultáneamente elementos adicionales que no forman hidruros junto con los elementos que sí forman hidruros. El kit de generación de hidruro integrado utiliza cuatro canales de la bomba peristáltica del iCAP ICP-OES. La reacción de formación de hidruro se lleva a cabo en un separador de gas-líquido dedicado. Esto permite que el producto gaseoso de la reacción de formación de hidruro se separe e introduzca en el sistema ICP-OES directamente utilizando el gas portador argón (gas nebulizador). Para la automatización del proceso de introducción de muestras, se utiliza el muestreador automático CETAC™ ASX-280.

3.2 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.

3.2.1 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 100 ml de muestra para realizar el análisis. La muestra debe tomarse de manera puntual o compuesta en recipientes de vidrio o plástico.

3.2.2 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.

3.2.3 Verificación de equipos.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

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).

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).

3.2.4 Medidas de seguridad.

Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar u omitir ninguna instrucción.

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

3.3 Equipos y materiales

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


- Balanza analítica con resolución de 0,1 mg
- Digestor microondas ETHOS UP (#253) con carrusel de 44 posiciones
- Tubos para digestión cerrada en microondas de PTFE y capacidad de 100 mL
- Vasos de precipitados de diferentes tamaños
- Balones aforados de 25 mL y 50 mL
- Micropipetas monocanal de volumen variable de 200 µL, 1000 µL y 10 mL
- Puntas para micropipetas de 200 µL, 1000 µL y 10 mL
- Probetas graduadas de 50 y 100 mL
- Tubos plásticos para centrifuga de capacidad de 50 mL y 15 mL
- Espectrómetro ICP-OES con Automuestreador – iCAP 7000 Series (#246)
- Jeringas plásticas desechables de 10 mL
- Filtros pre-jeringa hidrofílicos PVDF con un tamaño de poro de 0,45 µm
- Argón grado cromatográfico 5,0
- kit de generación de hidruro.

3.4 Reactivos y/o soluciones

3.4.1 Agua de alta pureza, tipo I. Para preparación de mezclas y/o dilución.

3.4.2 Ácido nítrico (HNO₃) 65% (w/w). Nanopure o equivalente

3.4.3 Ácido clorhídrico (HCl), 37% (w/v). Nanopure o equivalente

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

3.4.4 Estándares certificados de mercurio 1000 mg/L.

3.4.5 **Solución de ácido nítrico 2%.** En un balón aforado de 1000 mL adicionar 31,0 mL de ácido nítrico 65%. Aforar con agua tipo I.

3.4.6 **Set up solution Zinc 2 mg/L.** Thermo Scientific. Alternativamente puede prepararse de la siguiente manera: En un balón aforado de 250 mL adicionar, cuidadosamente, 0.5 mL de solución certificada de zinc de 1000 mg/L y aforar con ácido nítrico 2%.

3.4.7 **Solución stock mercurio (Hg) de 1000 µg/L (1 mg/L):** Empleando una micropipeta de 1 mL, tomar alícuotas de 100 µL (0,1mL) del estándar certificado de 1000 mg/L de mercurio, transferirla a un balón de 100 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.

3.4.8 Solución de ácido clorhídrico al 50% v/v (6M).

3.4.9 **Reactivo reductor de borohidruro:** En un beacker de 150 mL pesar 1,25 g de NaBH₄ y 1,25 g de NaOH agregar 100 mL de agua tipo I para que los reactivos diluyan para luego trasvasar el contenido a un balón aforado de 250 mL, realizar por lo menos tres lavados al beacker, llevar a volumen de aforo y homogenizar. Este reactivo es adecuado para todos los elementos hidruros y para el mercurio. Tetrahidrobórato de sodio (III) al 0,5 % m/v (borohidruro de sodio, NaBH₄), estabilizado en hidróxido de sodio (NaOH) al 0,5 % m/v. Filtrar el reactivo a través de un filtro de papel grueso inmediatamente después de su preparación. El reactivo desprende hidrógeno lentamente, por lo que debe almacenarse en un recipiente ventilado. Aunque el reactivo se puede utilizar durante 2 o 3 días si se almacena en un refrigerador a 4 °C, prepárelo inmediatamente antes de usarlo.

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 stock preparadas de mercurio deben almacenarse a 4 °C. Si la solución contiene Hg su vida útil es de máximo 48 horas.


3.5 INSTRUCCIONES DE ENSAYO

3.5.1 Preparación y tratamiento de las muestras

La preparación de la muestra depende de la forma del mercurio que se desea medir (disuelto, suspendido o total).

Metales disueltos o suspendidos. Si la muestra no ha sido filtrada en el momento de su recolección, filtrar con un dispositivo filtrante de plástico haciéndola pasar por un filtro de 0,45 µm de diámetro de poro prelavado. (Filtrar 50 mL de agua desionizada para asegurar la ausencia de contaminación e incluirlo como blanco de reactivos).

Si se ha de proceder a la digestión del filtro en el caso de metales suspendidos, registrar el volumen filtrado e incluir un filtro como blanco de reactivos. Filtrar, después de la filtración acidular el filtrado

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

a pH<2 con Ácido nítrico y analizar directamente. Si se forma un precipitado al acidular, llevar a cabo una digestión del filtrado acidulado antes del análisis.

Mercurio total. El mercurio esta combinado orgánica o inorgánicamente, tanto disuelto como en partícula. Las muestras incoloras, transparentes (principalmente agua potable) con una turbidez < 1NTU, inodoras y de una sola fase pueden analizarse directamente, sin digestión.

Las muestras que contienen partículas o materia orgánica requieren, en general, digestión antes del análisis.

Homogenizar vigorosamente la muestra, verificar preservación ácida pH < 2 con la varilla indicadora de pH y acondicionar a temperatura ambiente, tratar de que no existan sólidos adheridos en el fondo del recipiente.

Digestión ácida: Para muestras que tienen poca cantidad de materia orgánica (turbiedad menor a 2 NTU) acidificar con HCl hasta un pH<2, filtrar la muestra si tiene una turbiedad mayor a 2 NTU y proceder al análisis en el equipo. Para muestras cargadas de materia orgánica (muestras de agua cruda muy turbias), hacer una digestión como se indica a en el numeral 4.5.1.2.

3.5.1.1 Recomendaciones y advertencias generales

Durante cada paso de este procedimiento debe evitarse cualquier contaminación con el elemento que se determinará. Si bien los guantes de nitrilo provocan estática en los tubos del digestor que dificultan el proceso de pesaje, recordar que el sudor de las manos genera contaminación. 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.


3.5.1.2 Preparación de la muestra por digestión microondas

Al tomar de la porción de análisis, siendo la muestra líquida, mezclar hasta homogeneidad aparente mediante agitación y con la ayuda de una probeta tomar la cantidad necesaria de muestra, mientras se continúa con la agitación.

Registrar el peso de 10 mL 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 los metales a analizar y la cantidad de ácidos a emplear en la digestión asegurando la trazabilidad del procedimiento de acuerdo con las políticas del laboratorio. Registre la posición que tendrá cada muestra dentro del carrusel del digestor (Posiciones numeradas 1-44) en el formato de registro FOR-TC-155.

3.5.1.2.1 Adición de ácidos

Adicionar 4 mL de HNO₃ [65%] en el tubo de digestión que contiene la muestra.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

Para digestiones de metales trazas contaminantes 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 [30%], agregar el HCl después de agregar el HNO₃ lentamente dejándolos escurrir por la pared del tubo de digestión. En el caso en el cual se presente efervescencia o calentamiento excesivo dejar el tubo de digestión abierto dentro de la cabina de extracción hasta que pare el efecto.

Una vez se hayan adicionado los ácidos, tapar inmediatamente los tubos para evitar perder el gas cloro que se genera. Tener en cuenta montar un blanco de reactivos y un estándar de digestión por cada montaje que se haga del rack de digestión.

3.5.1.2.2 Enfriamiento y tratamiento posterior a la digestión

Al finalizar la digestión, para reducir el exceso de presión, activar los ventiladores del digestor para acelerar el enfriamiento de las muestras hasta alcanzar una temperatura de aproximadamente a 40 °C. Una vez atemperados, abra la puerta del digestor y retire uno a uno los vasos de digestión y ubíquelos dentro de la campana de extracción. Realice la apertura de los vasos, de acuerdo con las instrucciones establecidas en el instructivo INS-TC-003. Retire con cuidado las tapas de los vasos evitando generar salpicaduras.

Espere a que el gas de color marrón se disipe y transfiera el contenido del tubo de digestión a un tubo plástico de centrifuga de 50 mL.

Purgue el vaso del digestor con agua tipo I, asegurando que toda la muestra digerida pase del tubo al plástico de centrifuga. Adicione a todas las muestras 0,25ml de solución stock del estándar interno de Itrio de 10mg/L (numeral 4.4.15) para los balones de 25mL y afore a 25 mL con el agua tipo I.

Verifique que la solución no presente color negro o amarillo. Esto denotará una digestión incompleta. Si esto llega a suceder, repita la digestión con menos muestra o agregando una mayor cantidad de ácido nítrico concentrado.


Verifique que el volumen de muestra digerida sea consistente con el volumen inicial de digestión de la porción analítica y los 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: Las soluciones de digestión de color amarillo son causadas por sustancias orgánicas digeridas de forma incompleta. Pueden ser el resultado de una masa de muestra demasiado alta y/o una temperatura de digestión demasiado baja. Las temperaturas de digestión superiores a 200 °C no suelen dar lugar a soluciones de digestión de color amarillo. Las soluciones de digestión de color azul son el resultado de los óxidos de nitrógeno disueltos. Después de la dilución con agua, el color azul desaparece.

3.5.1.3 Preparación de muestras de aguas sin digestión microondas

Las muestras de aguas que se analizan en el laboratorio son aguas tratadas (potable y envasada) y agua cruda natural superficial. Dichas matrices son aguas limpias que generalmente no contienen

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

sedimentos, por lo que se puede leer directamente en el ICP-OES, sin necesidad de llevarlas previamente por una digestión en microondas.

Para ello se deben tomar 5mL de muestra de agua en un tubo falcon de 15mL, adicionar 5mL de ácido nítrico 2% (dilución de 5 en 10) y homogeneizar. La muestra queda lista para leer en el ICP-OES.

3.5.2 Preparación de las curvas de calibración

3.5.2.1 Preparación de la curva estándar para la determinación de mercurio

Tomar balones aforados de 50 mL y con ayuda de micropipetas de capacidad adecuada, transferir alícuotas de solución stock mercurio según indica la tabla 4 y finalmente, llevar a volumen con solución de ácido nítrico al 2%.

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 150µL del stock mercurio y aforar con solución de ácido nítrico al 2%. De igual forma la concentración de los adicionados de muestra será igual a la de estándar de verificación.

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 150µL del stock mercurio y aforar con muestra tratada previamente.


Tabla 4. Curva de calibración de mercurio

STD	[mg/L]	Stock mercurio (µL)
0	0	0
1	0,0005	25
2	0,0010	50
3	0,0020	100
4	0,0050	250
5	0,0100	500
6	0,0200	1000
7	0,0500	2500
Control	0,0030	150

3.5.3 Montaje del sistema de vapor (Generador de hidruros)

El tubo de la bomba debe conectarse al GLS de acuerdo con la Tabla 5. Debe conectar el tubo de la bomba a la bomba peristáltica en el ICP-OES y configurar el separador de gas-líquido (GLS).

Las longitudes de los tubos de la bomba peristáltica Tygon suministrados son suficientes para que los tubos de la bomba de muestra de ácido (naranja/amarillo) y de reductor (negro) lleguen directamente a sus respectivos recipientes de solución. Los tubos peristálticos Tygon de muestra y de drenaje se suministran conectados a la sonda de muestreo Ultem y al tubo de drenaje de PTFE de 3 mm de diámetro interior, respectivamente.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

Una vez ensamblada, la zona de reacción del GLS contiene perlas de vidrio de 4 mm que minimizan el volumen muerto de la zona y garantizan una mezcla adecuada del gas portador y los reactivos líquidos. También contiene una membrana de teflón semipermeable para evitar que la humedad y las sales se introduzcan en la celda de medición. Estas piezas se suministran con la unidad y deben instalarse antes de utilizar el accesorio.

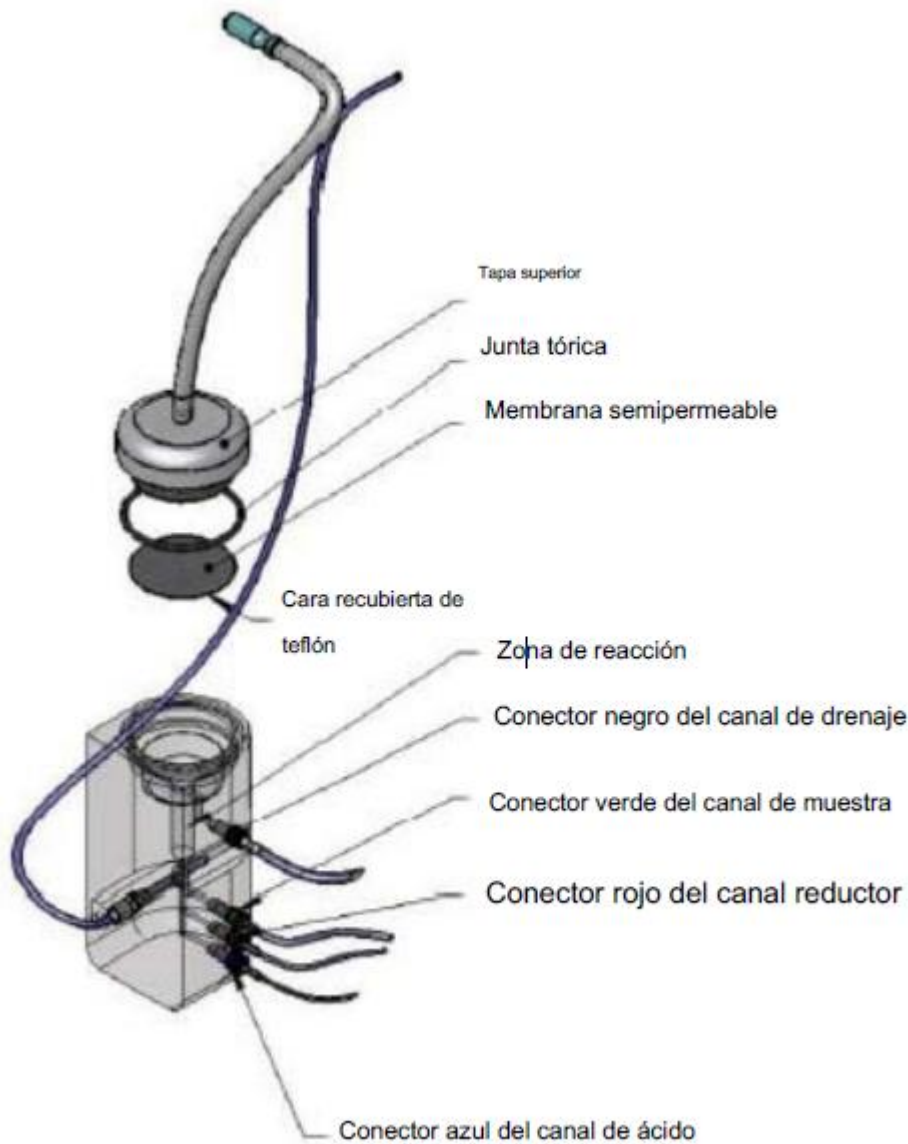



Figura 1. Separador de gas y líquido: esquema

3.5.3.1. Desatornille la tapa superior del GLS.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

3.5.3.2. Agregue una cantidad suficiente de perlas de vidrio de 4 mm suministradas para llenar la zona de reacción.

Debe haber tres o cuatro capas de perlas en el piso del volumen de expansión (en la parte superior de la columna de la zona de reacción).

Si se llena demasiado esta sección, el gas no tendrá suficiente espacio para expandirse, lo que provocará que el líquido se escape hacia el plasma.

Si no completa esta sección, la sensibilidad disminuirá.

AVISO Tenga cuidado de evitar que las perlas de vidrio caigan en el desagüe, donde podrían causar obstrucciones.

3.5.3.3. Tome una de las membranas de teflón de 47 mm suministradas.

Oriéntelo de tal manera que la cara cubierta de teflón quede hacia la parte inferior.

Colóquelo en posición encima de las cuentas en el espacio debajo de la rosca del tornillo de la tapa.

3.5.3.4. Vuelva a colocar con cuidado la junta tórica y la tapa, asegurándose de no alterar la posición de la membrana.

La unidad se suministra con cuatro tipos de tubos de bomba que se adaptan a la bomba peristáltica de cuatro canales del ICP-OES.


La Tabla 5 muestra cómo los colores de los puentes de los tubos de la bomba se corresponden con los conectores codificados por colores del separador de gas y líquido.

Tabla 5. Conectores codificados por colores en GLS

Color del conector:	Función de transporte	Tubo de bomba estándar	Tubo de mini bomba
negro,	Drenar	negro/blanco	negro/blanco
verde, amarillo,	Muestra	verde/verde	verde/verde
Rojo	Reductor	negro/negro	negro/negro
y azul.	Ácido	naranja/amarillo	naranja/amarillo

Para ajustar el tubo de la bomba al ICP-OES

Consulte la Figura 2. La bomba peristáltica del ICP-OES funciona en sentido antihorario

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

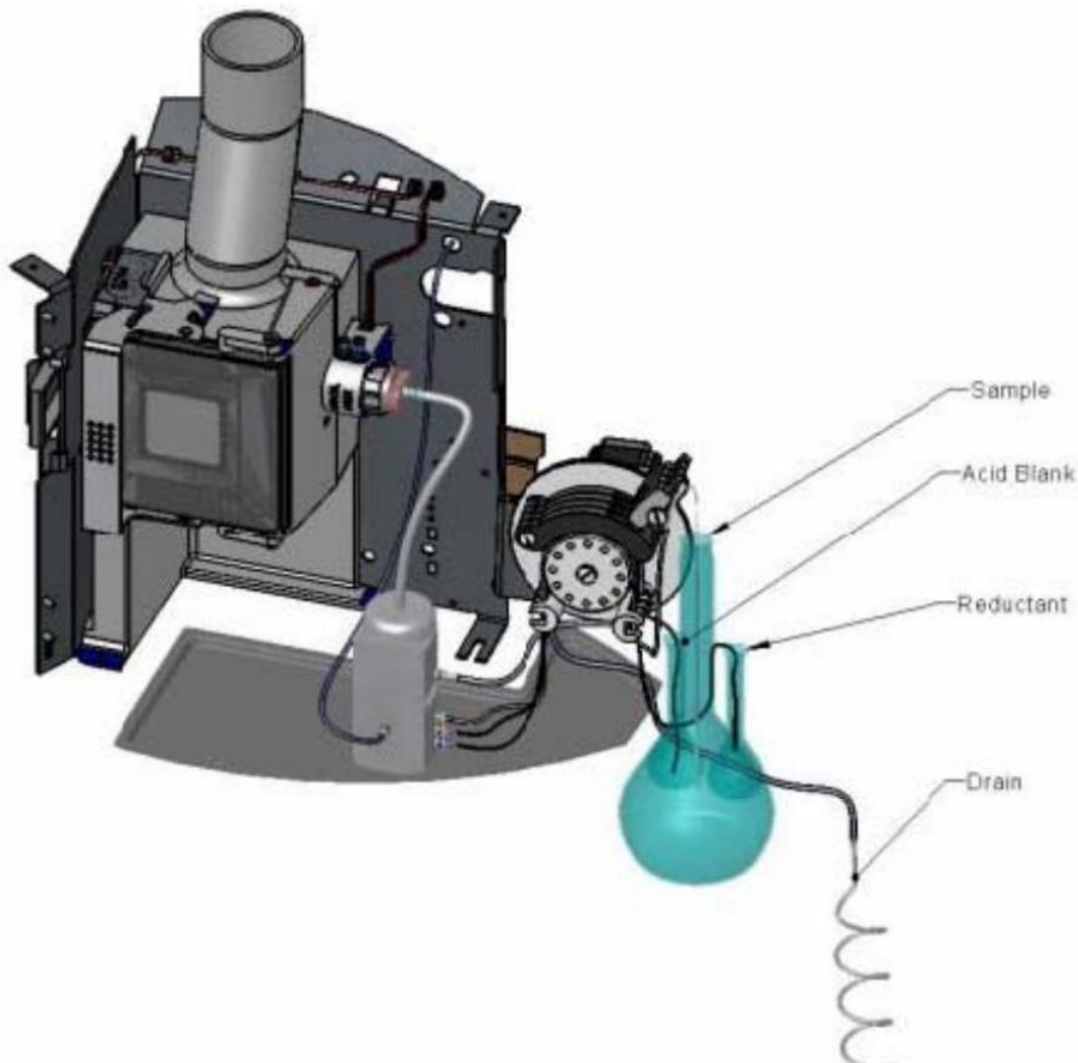


Figura 2. Montaje del sistema de vapor- esquema


Coloque el GLS a la izquierda de la bomba.

Todos los tubos de la bomba (con excepción del drenaje) se conectan a la entrada en el lado derecho de la bomba, es decir, desde las soluciones de muestra/reductor/ácido en blanco a través de la bomba hasta el GLS.

El drenaje es el único tubo que debe conectarse en la dirección opuesta, es decir, el tubo pasa por debajo de la bomba de modo que la salida del drenaje esté en el lado izquierdo.

Drenar

El canal negro (drenaje) debe conectarse a la tubería de la bomba con puentes negros y blancos. Esta tubería tiene un diámetro interior de 3,17 mm y un diámetro exterior de 4,85 mm.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

En el caso de una minibomba peristáltica (por ejemplo, ICP-OES), se debe colocar en la bomba un tubo con puentes de color violeta/blanco. Este tubo tiene un diámetro interior de 2,79 mm y un diámetro exterior de 4,47 mm.

Va desde el conector negro del GLS a través de la bomba peristáltica hasta un desagüe.

Conecte una longitud adecuada de tubo de 1,6 mm de diámetro exterior, utilizando el conector de púas suministrado, desde el extremo del tubo de bomba blanco/negro en la bomba peristáltica a un drenaje de nivel bajo adecuado o a un recipiente de plástico de cuello ancho.

AVISO El tubo de drenaje está conectado en sentido antihorario a la unidad, para permitir el drenaje desde el GLS.

Captación de muestra

El canal verde/amarillo (muestra) debe conectarse a la tubería de la bomba con puentes verdes. Esta tubería tiene un diámetro interior de 1,85 mm y un diámetro exterior de 3,53 mm. Va desde la muestra a través de la bomba hasta el separador de gas y líquido.

Reductor

El canal rojo (reductor) debe conectarse a la tubería de la bomba con puentes negros. Esta tubería tiene un diámetro interior de 0,76 mm y un diámetro exterior de 2,43 mm. Va desde el reductor a través de la bomba hasta el separador de gas y líquido.

La púa de PEEK está equipada con una pieza adicional de tubo Tygon de 1,6 mm de diámetro interior, para una fácil conexión al tubo de la bomba peristáltica.


Ácido

El canal azul (ácido) debe conectarse a la tubería de la bomba con puentes amarillos/naranjas. Esta tubería tiene un diámetro interior de 0,5 mm y un diámetro exterior de 2,33 mm. Va desde el ácido a través de la bomba hasta el separador de gas y líquido.

La púa de PEEK está equipada con una pieza adicional de tubo Tygon de 1,6 mm de diámetro interior, para una fácil conexión al tubo de la bomba peristáltica.

Para ajustar el tubo de la bomba

- Suelte los émbolos para liberar los platos de la bomba.
- Pase el tubo de la bomba alrededor de los rodillos de la bomba.
- Estire ligeramente el tubo de la bomba y coloque los puentes debajo de los pilares de retención del puente.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

- Empuje los extremos del tubo sobre los conectores a presión apropiados en el panel de conexión del Gas. Separador de líquidos.
- Mueva el brazo de la platina nuevamente sobre los rodillos.
- Confirme que el tubo esté ubicado correctamente debajo.
- Devuelva el émbolo a la posición normal.
- Ajuste el tornillo de presión para liberar la presión en el tubo.

A medida que aumenta la velocidad de la bomba, aumenta la sensibilidad analítica, pero también lo hace el consumo de muestras y reactivos. El tiempo de lavado necesario disminuye a velocidades de bomba más altas. Al reducir la velocidad de la bomba, se reduce el consumo de reactivos a expensas de la sensibilidad analítica y se aumenta el tiempo de lavado.

La velocidad de bomba predeterminada es de 30 rpm. Se pueden obtener buenos resultados con velocidades de bomba de hasta 45 rpm.


Conecte un suministro de argón (normalmente desde el suministro del nebulizador en la parte delantera del área de introducción de muestras del ICP-OES con el tubo rígido negro de 4 mm de diámetro exterior suministrado. Regule la presión entre 0,34 y 1 bar (5 y 14 psi) en la entrada de gas en la parte trasera del separador de gas y líquido.

Para cada elemento del grupo de los hidruros, existe un caudal de gas portador óptimo que produce la máxima sensibilidad para ese elemento. En el caso del mercurio, la sensibilidad analítica aumenta a medida que disminuye el caudal de gas portador.

Los caudales bajos de gas portador requieren tiempos de lavado más prolongados (para permitir que el hidruro llegue al plasma) y, a excepción del mercurio, no ofrecen ningún beneficio. Los caudales más altos de gas portador permiten utilizar tiempos de lavado más cortos a expensas de la sensibilidad analítica. Se pueden utilizar para completar un análisis lo más rápido posible.

Los elementos analitos en la solución de muestra se reducen a hidruros volátiles utilizando borohidruro de sodio (o cloruro estañoso para el análisis de mercurio) y se transportan en una corriente de gas argón al plasma del ICP-OES.

PRECAUCIÓN Las soluciones de muestra y los reactivos utilizados en la generación de hidruro son corrosivos y pueden ser tóxicos. Tome todas las precauciones necesarias al manipular estos materiales. El borohidruro de sodio es inestable y gradualmente libera hidrógeno al reposar. Asegúrese de que todos los recipientes utilizados para este reactivo estén adecuadamente ventilados. No almacene el reactivo durante ningún período prolongado.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

La composición óptima de los reactivos utilizados depende del elemento que se mide y de la composición de la muestra. Las siguientes composiciones de reactivos son adecuadas para el análisis de soluciones acuosas simples.

3.5.4 Lectura instrumental.

Para utilizar el sistema de vapor, es necesario desactivar el sensor de drenaje del ICP-OES. Según el software utilizado, esto se realiza desde la Configurador ISDS de Qtegra.

Los parámetros de análisis que se enumeran en la Tabla 3 se han probado con una variedad de elementos volátiles y se ha comprobado que son satisfactorios. De todos modos, optimice estos valores en función de sus soluciones para lograr la máxima sensibilidad

Tabla 6. Parámetros de análisis


Parámetros	As	Bi	Hg	Sb	Se
Flujo de gas portador del nebulizador [L/min]	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Velocidad de la bomba [rpm]	30	30	30	30	30
Potencia de RF [W]	1350	1350	1350	1350	1350
Caudal de gas auxiliar [L/min]	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Caudal de gas refrigerante [L/min]	16	16	16	16	16

Realizar la lectura instrumental de patrones de calibración, estándares de control 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 de mercurio. Debe programarse en el labBook los QC, Quality Control Test requeridos, de los que ofrece el software (Figura 3), y definir las reglas para cada uno de ellos, como se indica en la Figura 4.

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.

Figura 3. Test de control de calidad, QC, ofrecidos por el Software Qtegra

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

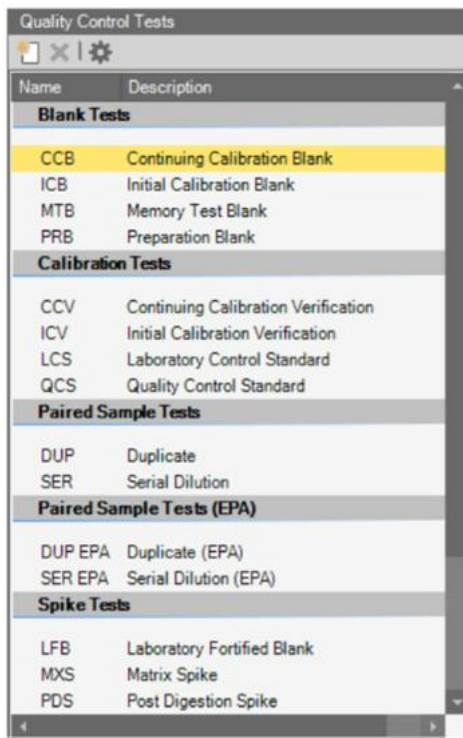
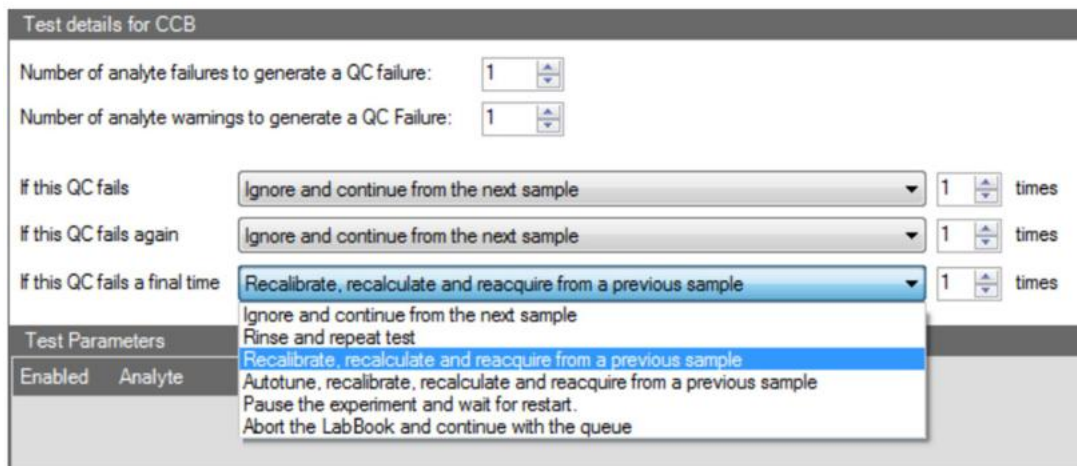



Figura 4. Reglas para los fallos de los test de control de calidad, QC.



Programar el LabBook de la siguiente manera:

Tabla 7. Programación LabBook

Orden de programación	Nombre	Corresponde a
1	BLK	Blanco

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

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	Muestras	BLANCO MUESTRA
7	Muestras	ESTANDAR VERIFICACIÓN
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)

***NOTA:** Por cada muestra montada en el LabBook se deberá preparar una muestra adicionada a la concentración estipulada en el procedimiento (0,003 mg/L).

Mantenimiento del sistema de generador hidruros:

Después de cada uso, enjuague el sistema de vapor mejorado con agua desionizada: coloque los tubos peristálticos de muestra, ácido y reductor en agua desionizada y aspire a través del sistema durante diez minutos.


Es poco probable que el separador de gas y líquido se desgaste o se dañe durante el funcionamiento normal. Sin embargo, puede ensuciarse y, por lo tanto, requerir limpieza de la siguiente manera:

Para limpiar el separador de gas líquido

- Retire la tapa superior y la membrana semipermeable.
- Inspeccione el volumen interno del separador de gas y líquido. Elimine los depósitos.
- Confirme que la zona de reacción esté llena de perlas de vidrio.
- Coloque una nueva membrana semipermeable.
- Vuelva a colocar la junta tórica y la tapa superior.

Después de un uso prolongado, el tubo de la bomba se desgasta y debe reemplazarse. Inspeccione el tubo a intervalos regulares quitándolo de la bomba y examinando la parte del tubo que está en contacto con los rodillos de la bomba. Si el tubo parece estar estirado o no tiene una sección transversal circular, reemplácelo.

AVISO Los tubos del canal de ácido se vuelven opacos gradualmente. Esto no afecta el funcionamiento normal y no es una indicación de que se deban reemplazar los tubos.

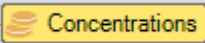
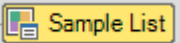
	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

Después de reemplazar el tubo de la bomba o si sospecha que hay una obstrucción, controle los caudales de los canales de reductor, ácido y muestra. Los caudales deben ser:

Tabla 8. Caudales de los canales

Canal	Caudal [mL/min]
Canal ácido	0,7
Canal reductor	1,6
Canal de muestra	7,5
Canal de drenaje	14

3.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS

El software Qtegra arroja las lecturas de las muestras en concentraciones en mg/L en la pestaña . En la pestaña  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 mercurio, 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 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.

NOTA: en el caso de que las muestras de aguas sean analizadas de manera directa, es decir sin realizar digestión en microondas, únicamente se pone la dilución realizada en el software y el valor arrojado es el resultado final.

3.7 ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10


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 (0,0005 mg/L a 0,1000 mg/L), empleando como control el estándar que contendrá elementos a un nivel de concentración de 0,0200 mg/L.

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 mercurio 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 preparado sin digestión. Como criterio de aceptación el control no debe mostrar concentraciones superiores a la mitad del estándar de calibración más bajo, para el mercurio 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 de mercurio por el lote de análisis, en una cantidad equivalente al punto medio del rango de calibración. Como criterio general, el error relativo porcentual (ER%) no debe ser mayor del 20%. 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.
- Si el elemento no se encuentra habitualmente presente en las muestras, deben prepararse, de manera independiente, un adición de una matriz representativa del lote de análisis, a un nivel de concentración equivalente al punto medio del rango de calibración. Como criterio general, el error relativo porcentual (ER%) no debe ser mayor del 10%, ni la desviación relativa porcentual (RPD), no puede superar el 10%. Además de lo anterior, al realizar el análisis de tendencias en las cartas control de exactitud y precisión, debe encontrarse que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico.
- 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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

- Anualmente debe verificarse el límite de cuantificación, mediante el ensayo de 7 blancos de laboratorios fortificados a dicho nivel de concentración la recuperación de los analitos debe estar entre el 65% y el 135% con una RPD menor al 20%
- 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 (digestión) material de referencia fresco cada vez que se requiera su uso como control de calidad. DEBE incluirse en los montajes de digestión de muestras interlaboratorio.

4. 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.
- Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

Director 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.

Coordinador técnico .

- 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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

- 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.
- 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.

5. 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.

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 Millestone ETHOS UP.

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

6. ANEXOS

Anexo No. 1 Quick Start Guide iCAP 7000

3.7 Shutting Down the System

Place the sample tube in Deionized water and let it pump through the system for 3 to 5 minutes. When organic solvent based samples are being analyzed the final rinse should be the pure solvent. Air should be aspirated for one minute to remove organic solvent from the sample lines and to remove organic vapors.

Click on **Qtetra** to open the program.

On the **Dashboard Page**, click on the **Get Ready** icon.

The system shuts down (icon with a red circle).




Qtetra Driven icon – System shut down

Release the tension on the sample **pump platens**.

After switching off the plasma, allow **two minutes** before switching off the **water chiller**. Follow manufacturer's instructions for switching off the chiller.

If switching off power to the instrument, allow **five minutes** after the plasma has been switched off.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10

Del ICAP Customer familiarisation manual

4 Instrument Hardware



The iCAP 7000 is designed to be constantly powered up and the optical system continuously purged. The instrument is powered via an on/off switch at the rear of the left side.

4.2 Preparing the System for Use

If the gas supplies have been switched off, the optical components should be purged and for **at least one hour** before powering on the instrument. This is to stop ice damage to the camera which is cooled to -45°C. It will take at least 4-8 hours of normal purge for the iCAP 7400, or iCAP 7600 instruments, to measure aluminium at 167nm with the specified stability and sensitivity.

Ideally the system should be purged constantly, under trickle purge this is a very small gas flow.

If the instrument is switched off, allow **at least two hours** after restoring power to thermally stabilise the instrument before the chiller is turned on.

4.3 Instrument Shut-down

After an analysis is finished a blank sample should be aspirated for five minutes to insure the sample introduction part have been rinsed of sample. To remove the blank sample deionised or distilled water should be aspirated for a further minute.


When organic solvent based samples are being analysed the final rinse should be the pure solvent. Air should be aspirated for two minutes to remove organic vapours.

After completing the above the plasma should be turned off. The optical components will move to a parked position after about thirty seconds.

After plasma has been turned off for at least 30 seconds turn off the chiller, following the manufacturer's instructions (turning off the chiller by removing the power can often cause breakages!)

Allow five minutes after switching off the plasma before disconnecting the electrical power or other supplies to the instrument, or accessories.

The tension on the pump platens should be released to preserve the life of the pump tubing.

	Procedimiento de ensayo Determinación de mercurio en agua por Generador de Hidruros - ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-150
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2025-12-10



5.2.1 1mm with 2 RED bands centre tube

Used for organic solvents. Used for both radial and duo instruments.
This is to reduce the amount of sample reaching the plasma as larger center tubes result in too much sample reaches the plasma and the plasma may go out.

5.2.2 1.5mm RED band centre tube

Best compromise for a radial instrument,

5.2.3 2mm Blue band centre tube

Best Compromise for a duo instrument.

5.2.4 2mm Ceramic centre tube

Used for specific sample types (for example hydrofluoric acid digests)

7.3 Preparing the System

Turn Argon Gas on at Cylinder and set for 0.55 MPa (5.5 BAR) pressure on gauge near instrument

Turn on the purge gas if separate

Note: for normal use gas should be left purging constantly ▲

Turn on the air supply for the Additional gas supply (7600 only) if used.

Switch on power to iCAP Spectrometer.

Note: for normal use power should be left on constantly. ▲

Switch on Water Chiller

Push Platen on to rollers of pump by way of the 4 (3) pressure screws

Make sure the drain tube is placed in an open neck vessel

Place sample tube in a blank solution

Switch on computer

Click on the **Qtegra** Icon on the computer desktop.