



|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

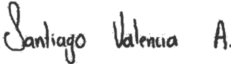


# Procedimiento de ensayo para la determinación de metales mediante ICP- OES y digestión microondas

AOXLAB S.A.S.

|   |   |                                   |
|---|---|-----------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales totales por ICP-OES<br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br>PROC-TC-189    |
|   |   | Revisión: 13                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br>2026-03-19 |


DOCUMENTO CONTROLADO  
 PROC-TC-189 Procedimiento de ensayo para la determinación de metales mediante la técnica ICP-OES y digestión por microondas

Copia controlada No.: 1


|                             | Nombre                 | Puesto o función               | Firma   | Fecha      |
|-----------------------------|------------------------|--------------------------------|---|------------|
| Elaboró:                    | Santiago Valencia      | Coordinador Técnico            |   | 2026-03-18 |
| Revisó:                     | Angela P. Patiño Pérez | Directora calidad              |   | 2026-03-19 |
| Aprobó:                     | Dario Pardo Pardo      | Director Técnico               |  | 2026-03-19 |
| Localización del documento: |                        | <a href="#">Plataforma SGC</a> |   |            |

Control de Cambios

| Estado   | Fecha de Inicio de vigencia | Revisión | Descripción del cambio realizado   | Realizó | Revisó | Aprobó |
|----------|-----------------------------|----------|--|---------|--------|--------|
| Obsoleto | 2020-03-25                  | 1        | Ninguno (versión original).  | JEAI    | DPP    | YELP   |
| Obsoleto | 2020-08-01                  | 2        | Ninguno (versión original).  | ODTC    | DPP    | YELP   |
| Obsoleto | 2021-08-30                  | 3        | Se detalla el procedimiento para la obtención de la porción analítica  | ODTC    | DPP    | YELP   |
| Obsoleto | 2021-12-23                  | 4        | Se modifica la preparación de las soluciones de trabajo para los patrones de calibración de los elementos mayoritarios                                 | DCBB    | DPP    | YELP   |
| Obsoleto | 2022-07-12                  | 5        | Se establecen directrices para realizar la preparación de estándares de calibración a partir de soluciones de 1.000 mg/L de los elementos mayoritarios | ODTC    | DPP    | YELP   |
| Obsoleto | 2022-09-30                  | 6        | Se agrega el protocolo de lavado específico de la vidriería y material utilizado.  | ODTC    | APPP   | YELP   |


|   |   |                                   |
|---|---|-----------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br>PROC-TC-189    |
|   |   | Revisión: 13                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br>2026-03-19 |

|          |            |    |   |      |      |      |
|----------|------------|----|---|------|------|------|
| Obsoleto | 2023-01-18 | 7  | Se ajustan las curvas de calibración, ampliando rangos superiores e inferiores  | ODTC | APPP | YELP |
| Obsoleto | 2023-03-16 | 8  | Se ajusta la información del apartado de digestión según las recomendaciones de la auditoría interna  | ODTC | APPP | YELP |
| Obsoleto | 2023-06-06 | 9  | Se modifican las referencias bibliográficas a los documentos normativos.<br>Se ajusta el esquema de control de calidad del método analítico   | CSGN | APPP | DPP  |
| Obsoleto | 2023-08-31 | 10 | Se modifican los criterios de aceptación para la exactitud y se detallan las instrucciones del procedimiento de digestión   | CSGN | APPP | DPP  |
| Obsoleto | 2023-11-29 | 11 | Se incorporan directrices para el ensayo de muestras con altos contenidos de metales  | CSGN | APPP | DPP  |
| Obsoleto | 2024-03-20 | 12 | Se ajusta el alcance. Se incluye en las referencias el manual de aplicaciones del digestor. Se elimina la preparación del stock de intermedios y se separa el stock de trazas en 1 y 2. Se incluye el uso del FOR-TC-155. Se ajustan los ítems de preparación de la muestra, pesaje, adición de ácidos y tratamiento posterior a la digestión. Se ajustan las indicaciones para preparación de las curvas de calibración: se elimina la curva de intermedios y se divide la curva de trazas en tras 1 y 2, se indica la preparación de la curva de P. 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 |
| Vigente  | 2026-03-19 | 13 | Se adiciona anexo 2 optimización del espectro y del gas de nebulización   | SVA  | APPP | DPP  |


|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

## INDICE

|         |  |    |
|---------|--|----|
| 1.      | OBJETIVO Y ALCANCE.  | 6  |
| 1.1     | Objetivo.  | 6  |
| 1.2     | Alcance.   | 6  |
| 3.      | REFERENCIAS.   | 6  |
| 4.      | DESARROLLO.  | 8  |
| 4.1     | Principio del método   | 8  |
| 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.   | 9  |
| 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  | 12 |
| 4.5.1   | Preparación y tratamiento de las muestras  | 12 |
| 4.5.1.1 | Recomendaciones y advertencias generales   | 12 |
| 4.5.1.2 | Preparación de la muestra  | 13 |
| 4.5.1.3 | Pesaje   | 13 |
| 4.5.1.4 | Adición de ácidos  | 14 |
| 4.5.1.5 | Rampa de digestión (Temperatura y tiempo)  | 15 |
| 4.5.1.6 | Enfriamiento y tratamiento posterior a la digestión  | 15 |
| 4.5.2   | Preparación de las curvas de calibración   | 16 |
| 4.5.2.1 | Preparación de la curva de calibración estándar para la determinación de metales mayoritarios Na, Ca, Mg, K.                 | 16 |
| 4.5.2.2 | Preparación de la curva de calibración estándar para la determinación de metales mayoritarios, P                             | 17 |
| 4.5.2.3 | Preparación de la curva estándar para la determinación de metales traza 1 (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Se, Sn).                      | 18 |
| 4.5.2.4 | Preparación de la curva estándar para la determinación de metales traza 2 (Al, B, Ba, Be, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, V, Zn) | 18 |
| 4.5.3   | Lectura instrumental.  | 19 |
| 4.6     | ANÁLISIS DE RESULTADOS   | 22 |
| 4.7     | ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD  | 22 |

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

|     |  |    |
|-----|--|----|
| 5.  | RESPONSABILIDADES.   | 24 |
| 5.1 | Director técnico.  | 24 |
| 5.2 | Director de Calidad.   | 24 |
| 5.3 | Coordinador técnico  | 24 |
| 6.  | FORMATOS RELACIONADOS.                                       | 25 |
| 7.  | ANEXOS.  | 26 |
|     | Anexo 1. INSTRUCCIONES Y RECOMENDACIONES DIGESTOR MICROONDAS | 26 |

|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar la determinación de metales usando la técnica de emisión atómica por plasma inductivamente acoplado (ICP-OES) y digestión a presión asistida por microondas, de acuerdo con los parámetros de los métodos normalizados EN 16943 de 2017 [1], EN 13805 de 2014 [2], FDA-Elemental Analysis Manual 4.4 – 2010, USP <232>, <233> [3][4], *European Pharmacopoeia Methods* 2.4.27 [5], AOAC 984.27 [10] y siguiendo los lineamientos de la norma ISO/IEC 17025:2017 [6]

### 1.2 Alcance.


Este procedimiento se utiliza para la determinación de metales en alimentos, materias primas y otros productos que así lo requieran. según el estándar europeo EN 16943:2017, FDA-Elemental Analysis Manual 4.4 - 2010 y AOAC 984.27, así como para análisis de metales traza y contaminantes según el estándar americano USP, <233>, FDA-Elemental Analysis Manual 4.4 – 2010.

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.


ICP-OES: El plasma de acoplamiento inductivo (ICP) es una fuente de ionización que junto a un espectrofotómetro de emisión óptico (OES) constituye el equipo de ICP-OES.

## 3. REFERENCIAS.

- [1] European committee for standardization (2023). Foodstuffs - Determination of trace elements – Pressure Digestion. (European Standard EN 13805:2014).
- [2] European committee for standardization (2023). Foodstuffs - Determination of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, phosphorus, potassium, sodium, sulfur, and zinc by ICP-OES. (European Standard EN 16943:2017).
- [3] Farmacopea de los Estados Unidos de América (2020). Capítulo General, {232} Impurezas elementales - Límites. USP-NF. Rockville, MD: Farmacopea de los Estados Unidos de América
- [4] Farmacopea de los Estados Unidos de América (2020). Capítulo General, {233} Impurezas elementales – Procedimientos USP-NF. Rockville, MD: Farmacopea de los Estados Unidos de América
- [5] European Directorate for the Quality of Medicines & HealthCare (2019) European Pharmacopoeia methods 11.1 Capítulo 2.4.27. Heavy metals in herbal drugs and herbal drug preparations

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: <a href="#">13</a>                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

- [6] International Organization for Standardization. (2023). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO Standard No. 17025:2017).
- [7] International Organization for Standardization. (2023). Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary (ISO Standard No. 9000:2015)
- [8] Centro Español de Metrología Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. 3ª edición en español
- [9] Food and Drug Administration Elemental Analysis Manual for Food and Related Products, 4.4 Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometric Determination of Elements in Food Using Microwave Assisted Digestion (version 1.1)
- [10] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 984.27
- [11] Methods Library for MAXI-44 easyTEMP HIGH-THROUGHPUT ROTOR, MILESTONE

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

#### 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 y iones que son excitados 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.

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

#### 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).

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: HNO<sub>3</sub>, 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


|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

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, 100ml, 150mL y 200mL.
- Micropipetas monocanal de volumen variable de 200 µL, y 1000 µL y 10 mL
- Puntas para micropipetas de 200 µL, y 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 lisos PVDF para automuestreador de 10 y 15 mL.
- 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 diluciones.
- 4.4.2 Ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) 65% (w/w). Nanopure o equivalente
- 4.4.3 Ácido clorhídrico Fumante Merck (HCl), 37% (w/v).
- 4.4.4 Peróxido de Hidrógeno. 30% (v/v).
- 4.4.5 Estándares certificados de metales 1000 mg/L. Aluminio, arsénico, bario, berilio, cadmio, cobalto, cromo, cobre, hierro, mercurio, manganeso, molibdeno, níquel, fósforo, plomo, antimonio, selenio, estaño, vanadio, zinc, plata y titanio, grado ICP o equivalentes.
- 4.4.6 Estándares certificados de metales 10.000 mg/L. Calcio, magnesio, potasio y sodio, grado ICP o equivalentes.
- 4.4.7 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.
- 4.4.8 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.

|   |  |                                   |
|---|--|-----------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br>PROC-TC-189    |
|   |  | Revisión: 13                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br>2026-03-19 |

4.4.9 *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%.

4.4.10 *iCAP Series multi-element test solution*. Thermo Scientific

4.4.11 Solución stock mezcla metales Mayoritarios Na, Ca, Mg, K, de 1000 mg/L. En un balón aforado de 25 mL, adicionar 2,5 mL de los estándares certificados de 10.000 mg/L de cada metal, usando una micropipeta de 10 mL. Aforar con solución de ácido nítrico 2%. En caso de requerirse lectura de otros metales por calibración de mayoritarios, incluir el estándar del metal en esta solución

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: En caso de que en el laboratorio se cuente con estándares certificados de 1000 mg/L para uno o varios de estos metales, se omitirá incluirlo en la preparación del stock detallado en el numeral 4.4.11 y se procederá a emplearlo directamente en la preparación de la curva de calibración detallada en la tabla 2.


4.4.12 Solución stock mezcla metales Traza 1 (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Se, Sn) de 5000 µg/L (5ppm). 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.

4.4.13 Solución stock mezcla metales Traza 2 (Al, B, Ba, Be, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, V, Zn) de 5000 µg/L (5ppm). 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, 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.

4.4.14 Solución stock Oro 2000 µg/L. En un balón de 50 mL, adicionar 100 µL de estándar de 1000 mg/L de oro, usando una micropipeta de capacidad adecuada. Aforar con solución de ácido nítrico al 2%.

|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: <a href="#">13</a>                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

4.4.15 Solución stock de Itrio 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 ácido nítrico al 2%.

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 4.4.11 – 4.4.15 deben almacenarse a 4 °C. Si la solución contiene Hg y/o As su vida útil es de máximo 48 horas. Soluciones de minerales mayoritarios e intermedios su vida útil es de máximo 15 días. Soluciones de metales traza su vida útil es de máximo 8 días. Siempre que sea posible procure preparar soluciones stock frescas.


## 4.5 Instrucciones de ensayo

### 4.5.1 Preparación y tratamiento de las muestras

#### 4.5.1.1 Recomendaciones y advertencias generales

Durante cada paso de este procedimiento debe evitarse cualquier contaminación con el elemento que se determinará. Al analizar Cromo y níquel, por ejemplo, debe evitarse el uso de cualquier elemento de acero inoxidable; usar espátulas recubiertas con teflón o espátulas plásticas. 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 por sodio, potasio y otros minerales. Se debe tener en cuenta que la digestión de muestras ricas en materia orgánica (Por ejemplo, celulosas, carbohidratos, grasas, aceites) produce grandes cantidades de gas que pueden provocar explosiones, por lo cual, los ácidos deben agregarse lentamente permitiendo que se deslicen por las paredes del tubo de digestión. En caso de que se presente calentamiento o efervescencia, dejar el tubo de digestión abierto y en reposo dentro de la cabina de extracción hasta que el efecto desaparezca. Una vez comprobada la ausencia de tales efectos, proceda a tapar los tubos. 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

|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

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

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

Al tomar de la porción de análisis, la muestra debe estar a temperatura ambiente y correctamente homogeneizada.

Sí es líquida, mezclar hasta homogeneidad aparente mediante agitación y con la ayuda de un gotero o una pipeta tomar la cantidad necesaria de muestra, mientras se continúa con la agitación. Si la muestra es un líquido con partículas (ejemplo: yogures con trozos de fruta), o muestras semi sólidas como salsas (ejemplos: mayonesas, salsa de tomate, salsas con especias, vinagretas, entre otras), se deben homogeneizar en licuadora y garantizar una adecuada homogeneización.

Sí la muestra es sólida, moler o triturar en su totalidad hasta homogeneidad completa (que no se observen fases heterogéneas en la muestra) utilizando un molino adecuado y/o mortero. Para productos en polvo que aparentemente se observen homogeneizados, por ejemplo, la sal o el azúcar, entre otros, igualmente se deben homogeneizar en molino y/o mortero, puesto que este paso es crítico para la determinación de metales.


Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que se cuenta mínimo con 10 gramos de muestra si el material es sólido y al menos 50 mL si es muestra líquida, debe asegurarse que la porción de material a analizar este correctamente homogeneizada de acuerdo con lo descrito anteriormente.

#### 4.5.1.3 Pesaje

Para muestras de alimentos sólidas o líquidas y para muestras genéricas, pesar máximo 0,25g de muestra, con una exactitud de 0,0001g.

Para muestras líquidas, en caso de obtener resultados no detectables, se puede repetir el ensayo pesando hasta 5g de muestra. En este caso, consultar con el director técnico previamente.

En el caso de muestras complejas, en las cuales al finalizar la digestión se observe algún sedimento que indique una digestión incompleta, se puede repetir el ensayo pesando menor cantidad de muestra. En este caso, consultar con el director técnico previamente.

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

Registrar el peso de la muestra 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 empleados en la digestión asegurando la trazabilidad del procedimiento de acuerdo con las políticas del laboratorio. 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

#### 4.5.1.4 Adición de ácidos

El volumen y tipo de ácido necesario para la digestión dependerá de la naturaleza del material de la muestra.

Para las muestras de alimentos, utilizar 4 mL de HNO<sub>3</sub> [65%] y 1,0 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> [30%], de acuerdo con las notas de aplicación del fabricante [11]. El peróxido de hidrógeno provoca una mayor formación de gas cuando el ácido reacciona con la muestra lo que asegura una mezcla más homogénea, además disminuye la formación de óxidos de nitrógeno.

Para muestras vegetales de cannabis, utilizar 5 mL de HNO<sub>3</sub> [65%].

Para muestras de suelos utilizar 5 mL de HNO<sub>3</sub> [65%]. En caso de que la muestra no se digeste bien y se observen sedimentos, proceder a digestar nuevamente la muestra adicionando otros ácidos. En estos casos consultar previamente con el director técnico y las notas de aplicación del fabricante [11], donde se van a encontrar los ácidos a utilizar, dependiendo del tipo de suelo.

Para muestras de materias primas, utilizar 7 mL de HNO<sub>3</sub> [65%] y 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> [30%].


Los productos medioambientales, pueden requerir adiciones de otros tipos de ácidos, por lo que, en caso de tener este tipo de muestras para análisis, consultar previamente con el director técnico y las notas de aplicación del fabricante [11].

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.

NOTA: Si se está analizando Plata (Ag) debe omitirse el uso de HCl, para evitar precipitación de la plata como Cloruro de Plata.

Preparación estándar de digestión: Al tubo del digestor agregar 0,750mL del stock mezcla metales mayoritarios (numeral 4.4.11), 0,750ml del stock metales traza 1 (numeral 4.4.12), 0,750ml del stock metales traza 2 (numeral 4.4.13) y 0,750ml del estándar comercial

|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

de P. Adicionar 4 mL de HNO<sub>3</sub> [65%] y 1,0 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> [30%]. Al finalizar la digestión, adicionar 0,25ml del estándar interno de Itrio (numeral 4.4.15) y afore a 25mL con agua tipo I.




Finalmente inserte los tubos en el carrusel MAXI 44, ajústelos correctamente a los vasos del digestor numerados, cierre cada vaso, coloque cada uno en la posición definida en el carrusel, programe la rampa de calentamiento, diligencie 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.

#### 4.5.1.5 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 [11].


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

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

#### 4.5.1.6 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). Para muestras con análisis de sodio, dependiendo del contenido esperado, llevar a balones de 50mL (por ejemplo snacks) o de 100 mL (por

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

ejemplo cárnicos procesados, quesos). En el caso de muestras con un contenido muy alto del metal a analizar, se pueden utilizar balones volumétricos de un mayor volumen, con la finalidad de no saturar el ICP y de evitar en lo posible las diluciones.

Una vez haya transferido el contenido del tubo al balón, lave el tubo con agua tipo I, y transfiera el lavado al balón, asegurando que toda la muestra digerida pase del tubo al balón volumétrico. 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; 0,50ml para los balones de 50ml; 1ml para los balones de 100ml y así sucesivamente y aforar el volumen del balón con agua tipo I, para los balones volumétricos de 25, 50 y 100ml, ya que por el volumen de ácido usado en la digestión se garantiza una concentración ácida de la solución final de mínimo 2%. Para balones de volumen mayor de 100ml, aforar con ácido nítrico al 2%.

Verifique que el volumen de muestra digerida 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.

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.

#### 4.5.2 Preparación de las curvas de calibración

##### 4.5.2.1 Preparación de la curva de calibración estándar para la determinación de metales mayoritarios Na, Ca, Mg, K.

Tome balones aforados de 50 mL y agregue alícuotas de solución stock mezcla metales mayoritarios (numeral 2.4.11) según indica la tabla 2. Luego adicionar 0,5 mL de solución estándar interno de Itrio (numeral 2.4.15) y aforar con ácido nítrico al 2%.

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500 µL del stock mezcla metales mayoritarios (numeral 4.4.11) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 2.4.15). Aforar con solución de ácido nítrico al 2%.


|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

Tabla 1. Curva de calibración minerales Mayoritarios (Na, Ca, Mg, K)

| STD     | [mg/L] | Stock mayoritarios.<br>( $\mu$ L) |
|---------|--------|-----------------------------------|
| 0       | 0      | 0                                 |
| 1       | 0,5    | 25                                |
| 2       | 1.24   | 62                                |
| 3       | 5      | 250                               |
| 4       | 10     | 500                               |
| 5       | 20     | 1000                              |
| 6       | 30     | 1500                              |
| 7       | 40     | 2000                              |
| 8       | 50     | 2500                              |
| 9       | 60     | 3000                              |
| Control | 30     | 1500                              |


#### 4.5.2.2 Preparación de la curva de calibración estándar para la determinación de metales mayoritarios, P

Tome balones aforados de 50 mL y agregue alícuotas del estándar comercial de P de 1000 mg/L, según indica la tabla 3. Luego adicionar 0,5 mL de solución estándar interno de Itrio (numeral 2.4.15) y afore con ácido nítrico al 2%.

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500 $\mu$ L del estándar comercial de P y 500  $\mu$ L de solución estándar interno de Itrio (numeral 2.4.15). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

Tabla 3. Curva de calibración minerales Mayoritarios (P)

| STD | [mg/L] | Estándar comercial de P de 1000 mg/L<br>( $\mu$ L) |
|-----|--------|--|
| 0   | 0      | 0  |
| 1   | 0,5    | 25   |
| 2   | 1.24   | 62   |
| 3   | 5      | 250  |
| 4   | 10     | 500  |
| 5   | 20     | 1000   |
| 6   | 30     | 1500   |
| 7   | 40     | 2000   |

|   |  |                                   |
|---|--|-----------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br>PROC-TC-189    |
|   |  | Revisión: 13                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br>2026-03-19 |

|         |    |      |
|---------|----|------|
| 8       | 50 | 2500 |
| 9       | 60 | 3000 |
| Control | 30 | 1500 |

#### 4.5.2.3 Preparación de la curva estándar para la determinación 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%.


Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500µL del stock mezcla metales traza 1 (numeral 4.4.12) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 2.4.15). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

*Tabla 4. Curva de calibración metales traza 1*

| STD      | [mg/L] | Stock<br>metales traza<br>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                             |

#### 4.5.2.4 Preparación de la curva estándar para la determinación de metales traza 2 (Al, B, Ba, Be, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, V, Zn)

Tomar 7 balones aforados de 50 mL y con ayuda de micropipetas de capacidad adecuada, transferir alícuotas de solución stock mezcla metales traza 2 de 5000 mg/L según indica la tabla 5. 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 metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500µL del stock mezcla metales traza 2 (numeral 4.4.13) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 2.4.15). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

*Tabla 5. Curva de calibración metales traza 1*


| STD      | [mg/L] | Stock<br>metales traza<br>2 (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                             |

#### 4.5.3 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.

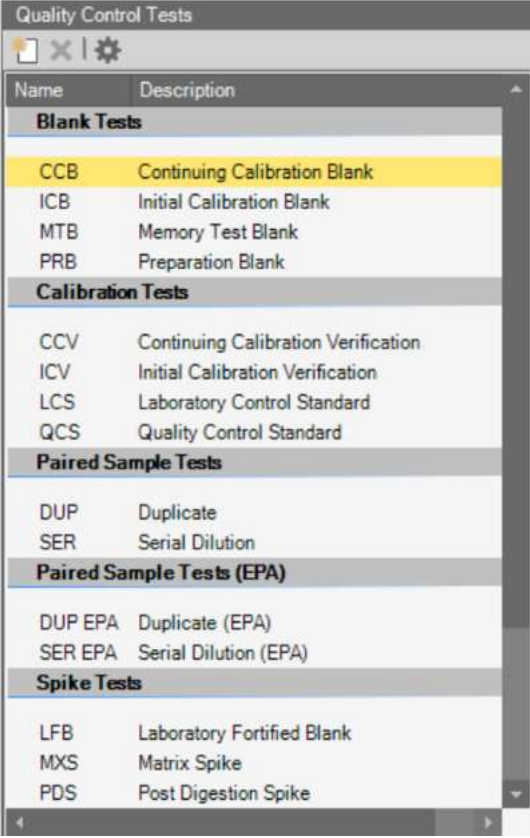
El orden de lectura de las muestras debe realizarse de tal manera que se lean primero las muestras con bajos contenidos y posteriormente aquellas con altos contenidos de metales. Debe programarse en el labBook los QC, *Quality Control Test* requeridos, de los que ofrece el software (Figura 1), y definir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

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |


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.

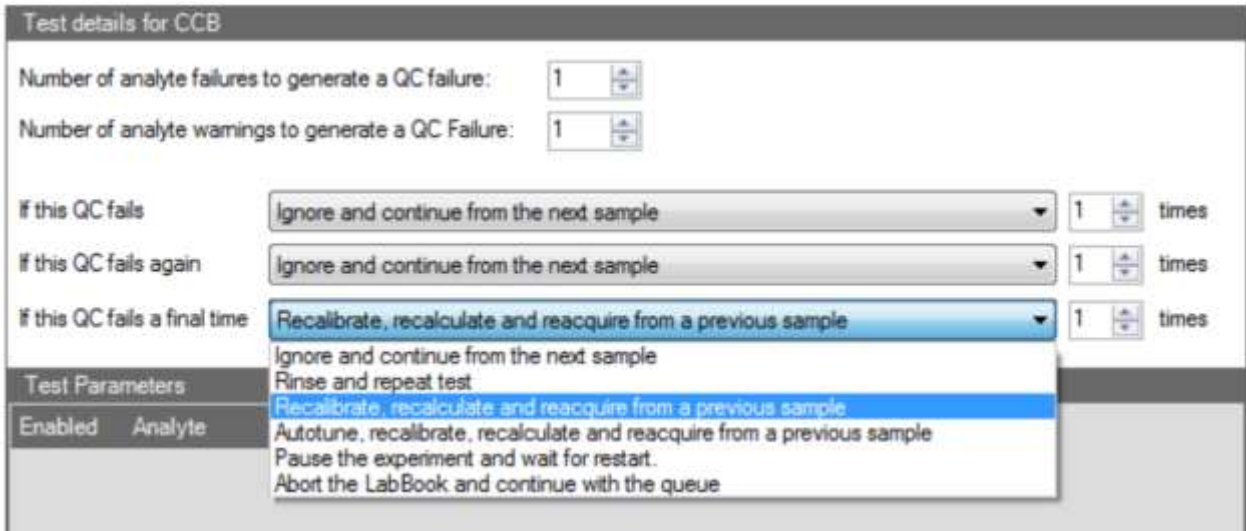
Figura 1. Test de control de calidad, QC, ofrecidos por el Software Qtegra



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


Figura 2. Reglas para los fallos de los test de control de calidad, QC.

|   |  |                                |
|---|--|--------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales totales por ICP-OES<br>AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-189    |
|   |  | Revisión: 13                   |
|   |  | Inicio de vigencia: 2026-03-19 |



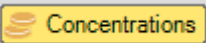
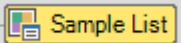
Programar el LabBook de la siguiente manera:

| 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) |

|   |   |                                   |
|---|---|-----------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales totales por ICP-OES<br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br>PROC-TC-189    |
|   |   | Revisión: 13                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br>2026-03-19 |

|    |          |  |
|----|----------|--|
| 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)   |

#### 4.6 ANALISIS DE RESULTADOS

El software Otegra 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 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 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:


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

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.

#### 4.7 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


|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

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 lote (un lote de ensayo corresponde a una digestión). 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 en la digestión y blancos de método durante las lecturas. Es decir, un blanco sometido al proceso de digestión ácida y blancos preparados 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, la exactitud debe estar entre el 80% y el 120%. 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.

|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

## 5. RESPONSABILIDADES.

### 5.1 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 coordinador técnico
- 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.

### 5.2 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.

### 5.3 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.

### 5.4 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.

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al coordinador técnico
- Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados en los cuadros de mandos, informar al coordinador técnico 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 coordinador técnico las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al coordinador técnico
- 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 Millestone ETHOS UP.

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

## 7. ANEXOS.

### Anexo 1. INSTRUCCIONES Y RECOMENDACIONES DIGESTOR MICROONDAS

## 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: HNO<sub>3</sub>, HCl, HF, HBF<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, HClO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



### 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 metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

## 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.

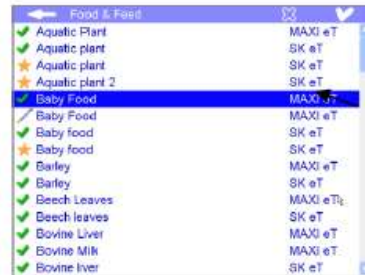


|   |  |                                |
|---|--|--------------------------------|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales totales por ICP-OES<br>AOXLAB S.A.S | Identificación: PROC-TC-189    |
|   |  | Revisión: 13                   |
|   |  | Inicio de vigencia: 2026-03-19 |

Introduce the rotor in the unit.



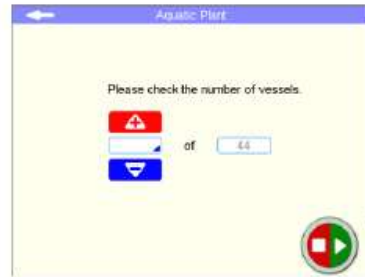
Select a method from the software library (the method should be marked with "eT").



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.



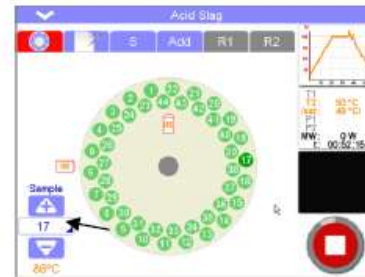
Press start and wait the end of the digestion program. It's possible to monitor the internal temperature of each vessels from the sample list / rotor window (see the Ethos UP user manual for more details).


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 metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |





#### 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 metales<br>totales por ICP-OES<br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

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> |  |

|   |  |   |
|---|--|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLABS S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                      |
|   |  | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

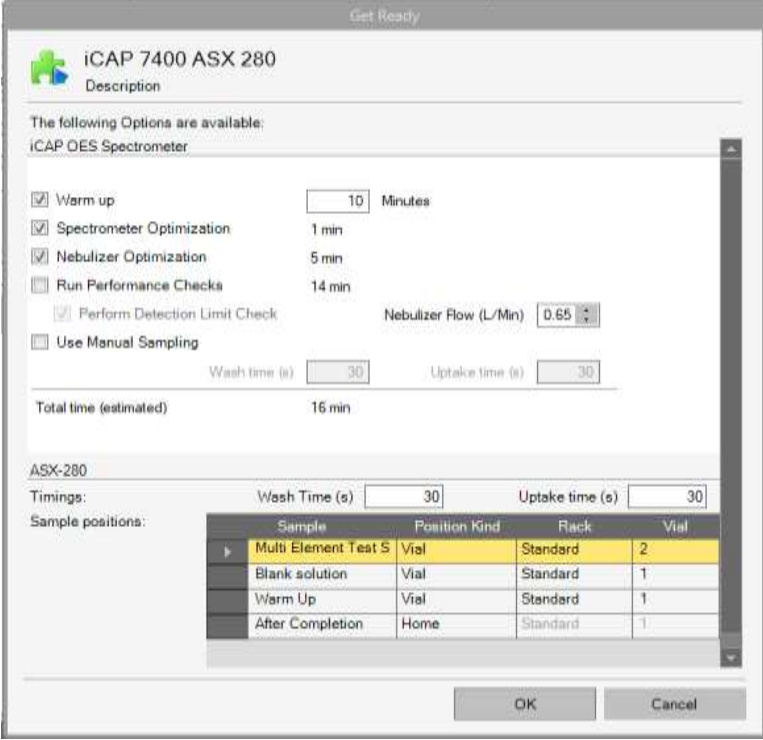
## Anexo 2. OPTIMIZACIÓN DEL ESPECTRO Y DEL GAS DE NEBULIZACIÓN

### 1. Preparación:

- Encender el equipo ICP-OES y permitir el tiempo de estabilización recomendado por el fabricante.
- Verificar que el sistema de introducción de muestra (nebulizador, cámara de nebulización, mangueras de ingreso/salida de muestra y antorcha) se encuentre limpio y correctamente instalado.
- Tener la solución estándar de optimización iCAP Series multi-element test y un Blank solution para la optimización.

### 2. Procedimiento:

- Hacer clic en el ícono “GET READY”, ubicado en la parte superior de la pestaña #Dashboard”. Dicha opción abrirá un cuadro de dialogo que se muestra a continuación:



The following Options are available:  
iCAP OES Spectrometer

Warm up  Minutes  
 Spectrometer Optimization 1 min  
 Nebulizer Optimization 5 min  
 Run Performance Checks 14 min  
 Perform Detection Limit Check Nebulizer Flow (L/Min)   
 Use Manual Sampling

Wash time (s)  Uptake time (s)

Total time (estimated) 16 min

ASX-280


Timings: Wash Time (s)  Uptake time (s)

Sample positions:

| Sample               | Position Kind | Rack     | Vial |
|----------------------|---------------|----------|------|
| Multi Element Test S | Vial          | Standard | 2    |
| Blank solution       | Vial          | Standard | 1    |
| Warm Up              | Vial          | Standard | 1    |
| After Completion     | Home          | Standard | 1    |

OK Cancel

En el cuadro de dialogo selecciona las opciones de *Spectrometer optimization* y *Nebulizer optimization*. Verifica que las posiciones de las soluciones si sean las correctas en la parte

|   |  |  |
|---|--|--|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales totales por ICP-OES<br>AOXLAB S.A.S | Identificación: <a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |  | Revisión: 13                                   |
|   |  | Inicio de vigencia: <a href="#">2026-03-19</a> |

que dice Rack y Vial. Para luego darle aceptar y esperar a que el equipo encienda el plasma y continúe con la optimización de los ítems seleccionados.


Al terminar la optimización tendrás la siguiente imagen:



Si los ítems elegidos se tornan en un color verde, quiere decir que la optimización ha sido satisfactoria. En caso contrario, procedemos a revisar detalladamente las posibles causas que no permiten dar un resultado satisfactorio en la optimización.

- La culminación de la optimización te dará una recomendación del flujo del gas de nebulización, el cual podrás implementar si las intensidades de los metales están bajas.

Nota: La recomendación en se podra ver directamente en la parte Nebulizer Gas Flow o tambien en la zona de Log View.

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | Procedimiento de ensayo Determinación de metales<br>totales por ICP-OES<br><br>AOXLAB S.A.S | Identificación:<br><a href="#">PROC-TC-189</a>    |
|   |   | Revisión: 13                                      |
|   |   | Inicio de vigencia:<br><a href="#">2026-03-19</a> |

