


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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




AOXLAB S.A.S.


	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

DOCUMENTO CONTROLADO

PROC-TC-245 Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES


Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Laura S. Guerra Foronda	Director técnico		2024-08-07
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora de calidad		2024-08-08
Aprobó:	Laura S. Guerra Foronda	Director Técnico		2024-08-08
Localización del documento:		Plataforma SGC		

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08


Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2022-08-01	1	Ninguno (versión original).	DCBB	APPP	DPP
Obsoleto	2023-06-08	2	Se adiciona tablas para pesos según la matriz	CSGN	APPP	DPP
Obsoleto	2023-07-10	3	Se modifican las referencias bibliográficas de los documentos normativos	CSGN	APPP	DPP
Obsoleto	2023-08-31	4	Se modifica el aseguramiento de la calidad y se detallan directrices para la adición de ácidos en el proceso de digestión	CSGN	APPP	DPP
Vigente	2024-08-08	5	Se ajusta título, se actualiza el alcance y los rangos de la curva de calibración. Se ajustan numerales de equipos y materiales y de reactivos y soluciones. Se adiciona la preparación del estándar de digestión. Se adiciona la preparación de muestras de aguas sin digestión microondas. Se incluye numeral de preparación de las curvas de calibración. Se incluyen los controles de calidad en el numeral 4.5.3. Se ajusta numeral de análisis de resultados. Se incluye el uso de SOF-TC-155	LSGF	APPP	LSGF

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

INDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE.....	5
1.1 Objetivo.....	5
1.2 Alcance.....	5
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	6
3. REFERENCIAS.....	6
4. DESARROLLO.....	7
4.1 Principio del método.....	7
4.2 Manejo de ítems de ensayo.....	7
4.2.1 Inspección visual.....	7
4.2.2 Estabilización.....	7
4.2.3 Verificación de equipos.....	7
4.2.4 Medidas de seguridad.....	8
4.3 Equipos y materiales.....	8
4.4 Reactivos y/o soluciones.....	8
4.5 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	10
4.5.1 Preparación y tratamiento de las muestras.....	10
4.5.2 Preparación de las curvas de calibración.....	12
4.5.3 Lectura instrumental.....	15
4.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	17
4.7 ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD.....	17
5. RESPONSABILIDADES.....	19
6. FORMATOS RELACIONADOS.....	20
7. ANEXOS.....	21

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

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


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)
Aluminio (Al)	0,0025-0,30	396.152 {85}
Antimonio (Sb)	0,0025-0,30	206.833 {463}
Arsénico (As)	0,0025-0,30	193.759 {474}
Bario (Ba)	0,0025-0,30	455.403 {74}
Cadmio (Cd)	0,0025-0,30	228.802 {447}
Calcio (Ca)	0,13-6,0	422.673 {80}
Cobre (Cu)	0,0025-0,30	324.754 {104}
Cromo (Cr)	0,0025-0,30	357.869 {94}
Fósforo (P)	0,13-6,0	177.495 {489}
Hierro (Fe)	0,0025-0,30	259.940 {129}
Magnesio (Mg)	0,13-6,0	202.582 {466}
Manganeso (Mn)	0,0025-0,30	257.610 {131}
Mercurio (Hg)	0,0025-0,30	184.950 {482}
Molibdeno (Mo)	0,0025-0,30	202.030 {467}
Níquel (Ni)	0,0025-0,30	231.604 {445}
Plata (Ag)	0,0025-0,30	328.068 {103}
Plomo (Pb)	0,0025-0,30	220.353 {453}
Selenio (Se)	0,0025-0,30	196.090 {472}
Sodio (Na)	0,13-6,0	589.592 {57}
Zinc (Zn)	0,0025-0,30	213.856 {457}


	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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] International Organization for Standardization. (2023). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO Standard No. 17025:2017).
- [4] International Organization for Standardization. (2023). Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary (ISO Standard No. 9000:2015
- [5] 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 metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

4. DESARROLLO.

4.1 Principio del método

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

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

Las disoluciones líquidas se bombean al espectrofotómetro ICP-OES, a través de un nebulizador para producir una pulverización fina. La muestra nebulizada pasa mediante la cámara de nebulización ciclónica al tubo central de la antorcha de plasma. El disolvente se evapora y la muestra residual se descompone en átomos e iones que son excitados 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 100 ml de muestra para realizar el análisis. La muestra debe tomarse de manera puntual o compuesta en recipientes de vidrio o plástico.


4.2.2 Estabilización.

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

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

4.2.3 Verificación de equipos.

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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 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.


4.3 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 monocal 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 inyección de muestras Thermo: antorcha, nebulizador, tubo inyector, mangueras de desecho y muestras, cámara de nebulización, codo, base de antorcha, tubo inyector.


4.4 Reactivos y/o soluciones

- 4.4.1 **Agua de alta pureza, tipo I.** Para preparación de mezclas y/o dilución.
- 4.4.2 **Ácido nítrico (HNO₃) 65% (w/w).** Nanopure o equivalente
- 4.4.3 **Ácido clorhídrico (HCl), 37% (w/v).** Nanopure o equivalente
- 4.4.4 **Estándares certificados de metales 1000 mg/L (individuales o multielementos):** Antimonio, arsénico, cadmio, cromo, mercurio, níquel, plomo, selenio, molibdeno, plata, bario, zinc, cobre, manganeso, hierro y aluminio grado ICP o equivalentes.
- 4.4.5 **Estándares certificados de metales 10.000 mg/L (individuales o multielementos):** Calcio, magnesio, fósforo, sodio grado ICP o equivalentes.

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

- 4.4.6 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.
- 4.4.7 Solución de ácido nítrico 10%.** En un balón aforado de 1000 mL adicionar, cuidadosamente, 154 mL de ácido nítrico 65%. Aforar con agua tipo I.
- 4.4.8 *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%.
- 4.4.9 *iCAP Series multi-element solution.*** Thermo Scientific
- 4.4.10 Solución stock mezcla metales mayoritarios Na, Ca, Mg 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%.
- 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.
- 4.4.11 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.
- 4.4.12 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.
- 4.4.13 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%.
- 4.4.14 Solución stock de Itrio de 10 mg/L. (Estándar interno)** 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 stock preparadas de metales deben almacenarse a 4 °C. Si la solución contiene Hg y/o As su vida

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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, debe evitarse el uso de cualquier elemento de acero inoxidable. -deben usarse 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. 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.

4.5.1.2 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.

4.5.1.2.1 Adición de ácidos

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

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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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 de P. Adicionar 4 mL de HNO₃ [65%] y 1,0 mL de H₂O₂ [30%]. Al finalizar la digestión, adicionar 0,25ml del estándar interno de Itrio (numeral 4.4.14) y afore a 25mL con agua tipo I.

Coloque cada uno de los tubos en la posición definida en el carrusel y seleccione el programa de digestión "EPA 3015", enrosque y selle adecuadamente los tubos, ajústelos correctamente en el rotor y no olvide retirar cualquier etiqueta colocada en los tubos para evitar errores en los sensores y deterioro en el equipo.

Diligencie la tabla de posiciones del digestor en el software del digestor y regístrelas en el formato FOR-TC-155. Cierre la puerta e inicie el proceso de digestión siguiendo las instrucciones establecidas en el documento INS-TC-003 Instructivo de operación del digestor por microondas Millestone ETHOS UP

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 1 hora a 150 °C, o toda la noche a 105 °C.

4.5.1.2.2 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 centrífuga de 50 mL.


Purgue el vaso del digestor con agua tipo I, asegurando que toda la muestra digerida pase del tubo al plástico de centrífuga. 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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

4.5.1.3 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 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.

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.

Tome balones aforados de 50 mL y agregue alícuotas de solución stock mezcla metales mayoritarios (numeral 4.4.10) según indica la tabla 2. Luego adicionar 0,5 mL de solución estándar interno de Itrio (numeral 4.4.14) y afore 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 4.4.10) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 4.4.14). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

Tabla 2. Curva de calibración minerales Mayoritarios (Na, Ca, Mg)

STD	[mg/L]	Stock mayoritarios (µL)
0	0	0
1	0,13	6
2	0,50	25
3	1,00	50
4	2,00	100
5	3,00	150
6	4,00	200
7	5,00	250
8	6,00	300
Control	3,00	150

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 4.4.14) y afore con ácido nítrico al 2%.

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500µL del estándar comercial de P y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 4.4.14). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

Tabla 3. Curva de calibración minerales Mayoritarios (P)

STD	[mg/L]	Estándar comercial de P de 1000mg/L (µL)
0	0	0
1	0,13	6
2	0,50	25
3	1,00	50
4	2,00	100
5	3,00	150
6	4,00	200
7	5,00	250
8	6,00	300
Control	3,00	150


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 4.4.11) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 4.4.14). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

Tabla 4. Curva de calibración metales traza 1

STD	[mg/L]	Stock metales trazas 1 (µL)
0	0	0
1	0,0025	25
2	0,010	100
3	0,025	250
4	0,05	500
5	0,10	1000

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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%.

Preparación estándar de verificación: En un balón volumétrico de 50 mL agregar 1500µL del stock mezcla metales traza 2 (numeral 4.4.12) y 500 µL de solución estándar interno de Itrio (numeral 4.4.14). Afore con solución de ácido nítrico al 2%.

Tabla 5. Curva de calibración metales traza 2

STD	[mg/L]	Stock metales trazas 2 (µL)
0	0	0
1	0,0025	25
2	0,010	100
3	0,025	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

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

4.5.3 Lectura instrumental.

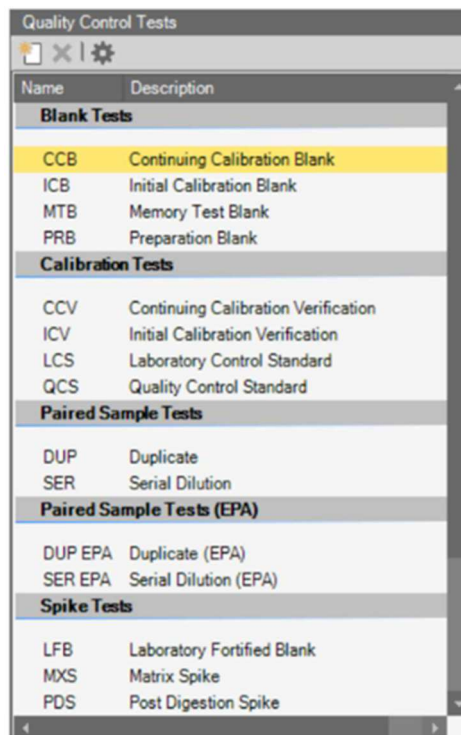
Realizar la lectura instrumental de patrones de calibración, estándares de control y muestras en el Espectrofotómetro ICP – OES, de acuerdo con el instructivo INS-TC-002.

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 contenidos de metales. Debe programarse en el labBook los QC, Quality Control Test requeridos, de los que ofrece el software (Figura 1), y definir las reglas para cada uno de ellos, como se indica en la Figura 2.

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

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

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



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

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

aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

Test details for CCB

Number of analyte failures to generate a QC failure: 1

Number of analyte warnings to generate a QC Failure: 1

If this QC fails: Ignore and continue from the next sample 1 times

If this QC fails again: Ignore and continue from the next sample 1 times


If this QC fails a final time: Recalibrate, recalculate and reacquire from a previous sample 1 times

Test Parameters

Enabled	Analyte
	Recalibrate, recalculate and reacquire from a previous sample
	Autotune, recalibrate, recalculate and reacquire from a previous sample
	Pause the experiment and wait for restart.
	Abort the LabBook and continue with the queue


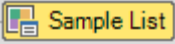
Programar el LabBook de la siguiente manera:

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

16	QC – CCV	Estándar de verificación de calibración continua
17	QC - QCS	Estándar de control de calidad (uno por batch)

4.6 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 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:

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


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.

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 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


	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

mg/L (Estándar de control de 0.15 mg/L), el intervalo de aceptación será una recuperación entre 80% y 120%.

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

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

- Para cada lote de ensayo, si el elemento está habitualmente presente en las muestras, ensayar un duplicado por matriz (un lote de ensayo corresponde a un día de análisis). Como criterio general, la desviación relativa porcentual (RPD) no debe ser mayor del 10%. Además de lo anterior, al realizar el análisis de tendencias en la carta control de precisión, debe mostrar que el proceso analítico estuvo bajo control estadístico. Es decir, no deben detectarse tendencias, de acuerdo con lo establecido en el procedimiento PROC-TC-077.
- Para cada lote de análisis, ensayar un blanco de reactivos y un blanco de método. Es decir, un blanco sometido al proceso de digestión ácida y un blanco preparado sin digestión. Como criterio de aceptación el control no debe mostrar concentraciones superiores a la mitad del estándar de calibración más bajo, para cada metal cuyo resultado se va a reportar.
- En cada lote de análisis, se debe verificar la eficiencia de la digestión (recuperación de estándares) preparando un estándar que contenga todos los elementos a cuantificar en el lote de análisis, en una cantidad equivalente al punto medio del rango de calibración para cada metal preparado. Como criterio general, el error relativo porcentual (ER%) no debe ser mayor del 10% y para el caso de metales determinado a concentraciones intermedias (0.125 mg/L a 6 mg/L) y para aquellos cuantificados a nivel de trazas (0.0025 mg/L a 0.3 mg/L) no debe ser superior al 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 adicionado de una matriz representativa del lote de análisis, a un nivel de concentración equivalente al punto medio del rango de calibración, para cada metal a ensayar. 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.
- 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%

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

- 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. DEBE incluirse en los montajes de digestión de muestras interlaboratorio.

5. RESPONSABILIDADES.

Director técnico.

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

Líder de Laboratorio.

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

Analista.

- Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Digitalizar los resultados de los ensayos en la plataforma para el reporte de resultados.
- Aplicar el presente documento.
- Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio
- Ingresar y entregar todos los resultados en los tiempos pactados.
- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.

	Procedimiento de ensayo Determinación de metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

- 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.

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.

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 metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

7. 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 **Qtegra** to open the program.

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

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




Qtegra 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 metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08

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 metales en agua por ICP-OES AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-245
		Revisión: 5
		Inicio de vigencia: 2024-08-08



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.