 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 21

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de metales en agua según el método SM3120B y EPA 200.7, con el fin de generar resultados confiables de acuerdo a las condiciones del laboratorio de calidad ambiental del IDEAM.

2. ALCANCE

Este método es aplicable en aguas superficiales en la determinación de Aluminio, Cadmio, Cromo, Cobre, Hierro, Manganeso, Níquel, Plomo y Zinc; los rangos de aplicación son:

Cadmio: 0,0100 mg/L a 1,00 mg/L

Plomo, Níquel, Cromo: 0,025 mg/L a 1,00 mg/L

Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso y Zinc: 0,200 mg/L a 10,0 mg/L


Los resultados de la confirmación se encuentran en el anexo 2.

3. DEFINICIONES

- ICP: Plasma acoplado por inducción.
- SM: Estándar método.
- LDI: Límite de detección instrumental
- LDM: Límite de detección del Método
- LCM: Límite de cuantificación
- Blanco de reactivos (MB): Agua Tipo I que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.
- Blanco fortificado (LFB): es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. El LFB son los estándares de control de la técnica.
- Matriz fortificada: (LFM): Es una porción adicional de una muestra a la que se añade una cantidad conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar la recuperación del analito en una matriz de la muestra.
- ICV: Verificación inicial de la calibración
- CCV: Continuación de la verificación de la calibración.
- LSA = Límite superior de alarma.
- LSC = Límite superior de control.
- LIA = Límite inferior de alarma.
- LIC = Límite inferior de control.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo y las hojas de seguridad de los reactivos.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 2 de 21

Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

5. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

5.1 Equipos

- iCAP 7600
- Automuestreador ASX-560
- Chiller
- Extractor
- UPS
- Equipo de digestión DigiPrep
- Campana de extracción

5.1.1 Verificación de equipos

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo; formato M-S-LC-F007.


5.2 Materiales

- Balones aforados de vidrio Clase A de 1000mL, 100mL.
- Pipetas aforadas de vidrio de 2 mL, 5mL, 10 mL, 20 mL clase A.
- Pera de succión.
- Vasos de precipitados de 50 mL y 100 mL.
- Transferpipeta de 100 µL a 1000 µL.
- Transferpipeta de 0.5 mL a 5 mL.
- Puntas para transferpipetas
- Viales
- Frascos de digestión con sus contratapas.
- Filtro Whatman 595
- Montaje de filtración.
- Embudos de filtración.
- Frasco lavador

5.3 Reactivos

Solicite los reactivos y materiales necesarios para el desarrollo del análisis mediante el formato M-S-LC-F039.

- Agua Tipo I
- Ácido nítrico 60%
- Ácido clorhídrico al 30%

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 3 de 21

- Estándares de Aluminio, Cadmio, Cromo, Cobre, Hierro, Manganeso, Níquel, Plomo y Zinc, trazables al NIST.
- Argón Grado 5.0

5.3.1 Preparación de soluciones:

Regístralas soluciones preparadas en el formato M-S-LC-F064Control de preparación de soluciones. Rotule cada frasco con la etiqueta de código M-S-LC-F014.

- **Solución HNO₃ (1+1):** Tomar 100mL de agua Tipo I y 100mL de HNO₃ concentrado y homogenizar.
- **Solución HCl (1+1):** Tomar 300mL de agua Tipo I y 300mL de HCl concentrado y homogenizar.
- **Blanco de enjuague:** Diluir 40mL de HNO₃ (1+1) y 200mL de HCl (1+1) a 2000mL con agua Tipo I.
- **Solución ácida (HNO₃+HCl):** Diluir 40mL de HNO₃ (1+1) y 200mL de HCl (1+1) a 2000mL con agua Tipo I.
- **Blanco de calibración:** Diluir 2mL de HNO₃ (1+1) y 10mL de HCl (1+1) a 100mL con agua Tipo I.
- **Blanco de reactivos o blanco del método (MB):** Consiste en agua Tipo I y cualquier de los ácidos o reactivos añadidos a las muestras y el cual es sometido al mismo procedimiento de las muestras.

5.3.2 Preparación de soluciones estándares intermedias:

- **Solución intermedia de 100mg/L de Plomo, Cromo y Níquel:** Tomar 10mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 100mg/L de Cadmio:** Tomar 10mL de la solución de 1000mg/L de Cadmio y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 100mg/L de Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso y Zinc:** Tomar 10mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 5mg/L de Plomo, Cromo y Níquel:** Tomar 5mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 5mg/L de Cadmio:** Tomar 5mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 200mg/L de Cadmio, Plomo, Cromo y Níquel:** Tomar 20mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 200mg/L de Cobre, Manganeso y Zinc:** Tomar 20mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)
- **Solución intermedia de 200mg/L de Aluminio, Hierro:** Tomar 20mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución ácida (HNO₃+HCl)

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 4 de 21


5.3.3 Preparación estándares curva de calibración.

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Punto de curva	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio	5	0.2	1	100	0.0100
Plomo, Cromo, Níquel	5	0.5			0.0250
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc	100	0.2			0.200
Cadmio	5	1	2	100	0.0500
Plomo, Cromo, Níquel	5	2			0.100
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	0.750			0.750
Cadmio	5	2	3	100	0.100
Plomo, Cromo, Níquel	5	5			0.250
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	2			2
Cadmio	100	0.5	4	100	0.500
Plomo, Cromo, Níquel	100	0.5			0.500
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	5			5
Cadmio	100	1	5	100	1.00
Plomo, Cromo, Níquel	100	1			1.00
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	10			10

5.3.4 Preparación blanco fortificado de laboratorio (LFB)

5.3.4.1 Preparación LFB

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio	200	-	100	Las concentraciones serán rotadas
Plomo, Cromo, Níquel				Las concentraciones serán rotadas
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc	200	-		Las concentraciones serán rotadas

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 21

5.3.5 Preparación del ICV y CCV (Verificación inicial de la calibración y continuación de la verificación de la calibración).


Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio Níquel Plomo Cromo	200	0.100	50	0.400
Aluminio Cobre Hierro Manganeso Zinc		1		4.0

5.3.6 Preparación de la matriz fortificada.

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la adición (mg/L)
Cadmio Níquel Plomo Cromo	200	-	100	Las concentraciones serán las mismas adicionadas en el LFB.
Aluminio Cobre Hierro Manganeso Zinc	200	-		Las concentraciones serán las mismas adicionadas en el LFB.

5.3.7 Verificación del límite de cuantificación del método (LCM)

5.3.7.1 Preparación LCM

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 21

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio	5	0.200	100	0.0100
Plomo, Cromo, Níquel	5	0.500		0.0250
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc	100	0.200		0.200

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Las interferencias se clasifican en:


- Interferencias espectrales: La emisión de luz procedente de fuentes espectrales distintas del elemento de interés puede contribuir a la intensidad neta aparente de la señal. Las fuentes de interferencia espectral incluyen superposiciones de líneas espectrales directas, a las ampliadas de líneas espectrales intensas, emisión de continuidad de recombinación de átomos de iones, emisión de bandas moleculares y luz dispersa a partir de la emisión de elementos a altas concentraciones.
- Interferencias no espectrales: Las interferencias físicas son efectos asociados con la nebulización de la muestra y los procesos de transporte. Los cambios en las propiedades físicas de las muestras, como la viscosidad y la tensión superficial, pueden causar un error significativo. Esto suele ocurrir cuando se analizan muestras que contienen más del 10% (en volumen) de ácido o más de 1500 mg de sólidos disueltos / L usando estándares de calibración que contienen ácido al 5%. Las interferencias químicas son causadas por la formación de compuestos moleculares, efectos de ionización y efectos termoquímicos asociados con la vaporización y atomización de la muestra en el plasma. Normalmente, estos efectos no son pronunciados y pueden minimizarse mediante una selección cuidadosa de las condiciones operativas (potencia incidente, posición de observación del plasma, etc.). Las interferencias químicas dependen en gran medida de la matriz de la muestra y el elemento de interés.
- Obstrucción del nebulizador ya que la punta es bloqueada por deposición de material particulado de las muestras o depósitos químicos.

6.1 Condiciones ambientales

El rango de temperatura ambiente para la operación de los equipos de ICP será 15°C a 30°C y una humedad relativa de 20% a 60%.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla:


 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 7 de 21

Calibración o estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del método (MB)	Blanco fortificado en laboratorio (LFB)	Duplicado	Matriz fortificada en laboratorio (LFM)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)
X	-	X	X	-	X	X

Tomado del SM 3020. (- indica un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método).

Tenga en cuenta los siguientes aspectos al reportar los análisis:

- Blanco del método (MB): Incluya un blanco con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. La calificación del MB son las siguientes: 1. Si el MB es menor al LDM, no se requiere calificación. 2. Si el MB es $> \frac{1}{2} \text{ LCM}$, pero $< \text{LCM}$ y los resultados de la muestra son $> \text{LCM}$, califique los resultados para indicar que se detectó el analito en el MB. 3. Si el MB es $> \text{LCM}$, se tomarán medidas correctivas y la calificación es obligatoria. NOTA: Las muestras analizadas con un blanco contaminado deben ser preparadas y analizadas nuevamente a menos que las concentraciones sean ≥ 10 veces las del blanco.
- Incluir un LFB con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. Evalúe el LFB con el porcentaje de recuperación comparando con los límites especificados en los gráficos de control. Si los resultados del LFB están fuera de control, tome medidas correctivas, incluida la preparación y análisis de la muestra nuevamente, si es necesario.
- Incluir el LCM para su verificación con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. El LCM se prepara de acuerdo a la tabla 5.3.7.1 y el criterio de aceptación es del 15% de error relativo.
- Incluir una matriz fortificada (LFM) y su duplicado con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. La matriz fortificada se prepara adicionando una concentración de analito conocida Se debe limitar el volumen de adición al 5% o menos del volumen de la muestra. El criterio de aceptación de recuperación es de 70 a 130% y la diferencia porcentual relativa (RPD) entre la muestra fortificada y el duplicado debe ser inferior al 20%. Si los resultados de la matriz fortificada (LFM) están fuera de control, tome las medidas correctivas para rectificar el efecto de la matriz. Registrar los datos en las cartas de control de recuperación y de duplicados.
- Registre los resultados de cada QC, en las cartas de control. Diligencie la carta de control colocando las iniciales del analista y la fecha de análisis, grafique el valor promedio diario de la concentración de los estándares de control. Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, se debe repetir el análisis de todo el grupo de muestras, no realice más análisis hasta verificar que sucede; comuníquese la anomalía al líder de Físico –Química, revise e inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder lo autorice.
- El ICV (Verificación inicial de la calibración) es la confirmación de que la calibración se realizó correctamente y se analiza después de leídas las curvas de calibración. El criterio de aceptación es del 5% de su valor real. Si no se cumple, preparar nuevamente y si no cumple con el criterio de aceptación, tomar medidas como recalibrar o cambiar los estándares.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 8 de 21

- El CCV (Verificación de la calibración) confirma que la respuesta del equipo no ha cambiado significativamente respecto a la calibración inicial, el cual se analizará por cada 10 muestras o menos. Para el CCV se utilizan criterios de aceptación del 5% de su valor real. Sí no cumple con el criterio de aceptación, preparar nuevamente y sí no cumple tomar medidas como calibrar nuevamente y realizar las lecturas de las muestras desde la última verificación de la calibración (CCV).

Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.

Efectúe el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.

8. DESARROLLO

8.1 Principio del método

Una fuente ICP consiste en una corriente fluida de gas argón ionizado por un campo de radiofrecuencia aplicado que típicamente oscila a 27,1 MHz. Este campo está acoplado inductivamente al gas ionizado por una bobina refrigerada por agua que rodea una "antorcha" de cuarzo que soporta y confina el plasma. Se genera un aerosol de muestra en un nebulizador y cámara de pulverización apropiados y se lleva al plasma a través de un tubo inyector situado dentro de la antorcha. El aerosol de la muestra se inyecta directamente en la ICP, sometiendo a los átomos constituyentes a temperaturas de aproximadamente 6000 a 8000 ° K. Debido a que esto da como resultado una disociación casi completa de las moléculas, se consigue una reducción significativa de las interferencias químicas. La alta temperatura del plasma excita eficientemente la emisión atómica.


La ionización de un alto porcentaje de átomos produce espectros de emisión iónica. El ICP proporciona una fuente ópticamente "delgada" que no está sujeta a auto absorción excepto a concentraciones muy altas. Así, se observan rangos dinámicos lineales de cuatro a seis órdenes de magnitud para muchos elementos.

La excitación eficiente proporcionada por el ICP resulta en bajos límites de detección para cualquier elemento. Esto, junto con el rango dinámico extendido, permite la determinación efectiva de varios elementos de metales. La luz emitida por el ICP se enfoca en la ranura de entrada de un monocromador o un policromador que efectúa la dispersión. Se utiliza una ranura de salida alineada con precisión para aislar una parte del espectro de emisión para medir la intensidad usando un tubo fotomultiplicador. El policromador utiliza múltiples hendiduras fijas de salida y los correspondientes tubos fotomultiplicadores; monitorea simultáneamente todas las longitudes de onda configuradas usando un sistema de lectura controlado por computadora. El enfoque secuencial proporciona una mayor selección de longitud de onda mientras que el enfoque simultáneo puede proporcionar un mayor rendimiento de la muestra.

8.2 Toma y preservación de muestras.

Las muestras se colectan preferiblemente en envase de polipropileno o polietileno, los cuales han sido previamente enjuagados con ácido nítrico, de acuerdo al procedimiento de lavado de material. Conservar las muestras inmediatamente después del muestreo con ácido nítrico concentrado hasta pH<2. Después de preservar la muestra, preferiblemente, guárdela a una temperatura de 4°C para evitar cambios en el volumen debido a la evaporación. En estas condiciones, las muestras con concentraciones de metal de varios miligramos por litro son estables hasta 6 meses.

8.3 Limpieza de vidriería y material de campo.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 9 de 21

Remítase al instructivo M-S-LC-I015 relacionado con el lavado material de vidrio y plástico. Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad.

8.4 Ejecución de la técnica.

8.4.1 Acondicionamiento del Equipo: Remítase al instructivo del manejo del equipo.

8.4.2 Calibración: Saque los estándares mixtos.

8.4.3 Digestión de las muestras:

- Solicitar las muestras mediante el formato M-S-LC-F011 y deje aclimatar.
- Solicitar el formato de control de gestiones M-S-LC-F022
- Agitar muy bien la muestra.
- Tomar 100 mL de muestra y adicinarla al recipiente de digestión. Para el blanco, los estándares de control y las muestras fortificadas se someten al mismo tratamiento.
- Adicionar 2 mL de ácido nítrico (1+1) y 1mL de ácido clorhídrico (1+1) al recipiente de digestión que contiene la muestra.
- Colocar el recipiente en el equipo de digestión DigiPrep para evaporar la solución. Cubrir el recipiente de digestión con la sobre tapa.
- La digestión debe realizarse en una campana de extracción.
- Seleccionar el método de aguas en el equipo de digestión DigiPrep..
- Reducir el volumen de la muestra a unos 20 mL, teniendo en cuenta que no hierva durante la digestión.
- Para reducir la evaporación adicional coloque la digestión durante 30 minutos con sobre tapa los recipientes y a un reflujo suave.
- Dejar enfriar.
- Filtrar con filtro whatman 595.
- Transferir cuantitativamente a un balón aforado de 100 mL y llevar a volumen con agua acidulada. (HNO₃+HCl)
- Trasladar las muestras al área de lectura. Sí no se va a realizar la lectura inmediatamente se deben guardar en el cuarto frío.
- Registrar el uso del equipo en el formato M-S-LC-007. Control diario del uso de equipos.
- Entregar las muestras solicitadas para su almacenamiento al cuarto frío.

8.4.4 Análisis de las muestras:

- Una vez finalizado la digestión de las muestras, blancos, estándares de control, muestras fortificadas y sus duplicados, se toma una porción para realizar la determinación de los metales.
- Para iniciar con el uso del equipo iCAP 7600, tener en cuenta el ítem 8.3 del instructivo de manejo de equipo.
- Cumplida las condiciones de preparación del equipo, encender el plasma de acuerdo al instructivo de manejo de equipo ítem 8.4.
- Programar el equipo de acuerdo al ítem 8.5 del instructivo de manejo de equipo.
- Para la programación del samplelist, el orden de lectura será el siguiente: Blanco de calibración, curva de calibración, ICV, blanco, LFB, muestras, matriz fortificada y duplicado de la muestra fortificada; configuración establecida en el software del equipo. Las longitudes de onda para la lectura de cada metal son las siguientes:

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 10 de 21

Metal	Longitud de onda (nm)	Modo de medición
Cadmio	228,802	Axial
Plomo	220,353	Axial
Cromo	284,325	Axial
Níquel	231,604	Axial
Aluminio	396,152	Axial
Cobre	324,754	Radial
Hierro	259,940	Axial
Manganeso	259,373	Radial
Zinc	213,856	Axial

- Dar clic en el software para la ejecución del análisis, ítem 8.7 del instructivo de manejo del equipo.
- Realizar las diluciones de muestras cuando las concentraciones están fuera del rango lineal.
- Los criterios de los controles durante las lecturas son la siguiente:

CONTROL	CRITERIOS DE ACEPTACIÓN
Blanco	Calificar sí está por encima del LCM
LCM	15% Error relativo
LFB (Blanco fortificado)	De acuerdo a los límites de las cartas de control
ICV	5%
CCV	5%
LFM(Matriz fortificada)	70-130%
LFMD(Duplicado matriz fortificada)	Recuperación = 70-130% Diferencia porcentual relativa (RPD)=20%


- Reporte los resultados en el formato M-S-LC-F019
- Genere el reporte en archivo pdf y guárdelo en el servidor en la carpeta M, subcarpeta grupo de laboratorio y resultados de análisis.
- Una vez finalizada la marcha analítica, registre los valores de los controles analíticos en las cartas de control y diligencie el formato recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002; deposite los residuos en la caneca correspondiente, solicite el lavado de material, diligenciando el formato de solicitud M-S-LC-F003.

8.5 Cálculos y resultados

Diligencia el Formato captura de datos M-S-LC-F19 y exprese los resultados con tres cifras significativas.

Una vez finalizado el análisis de resultados coloque el registro en la AZ de Cadena de control y vigilancia de formatos correspondiente al análisis, la cual es custodiada por el Líder Físicoquímico.

Una vez el registro de los resultados es revisado por el Líder físico-Químico y el responsable de calidad, el analista deberá realizar la digitación en la base de datos del IDEAM.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 11 de 21

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 3120B. 23ed., New York, 2017.
- US EPA 200.7. Determination of metals and trace elements in water and wastes by Inductively Coupled Plasma- Atomic Emission Spectrometry.Revisión 4-4. 1994
- Instructivo Lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Verificación y auditoria de datos analíticos.
- Aseguramiento de calidad analítica.
- Guía de referencia de la preinstalación del iCAP 7000.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

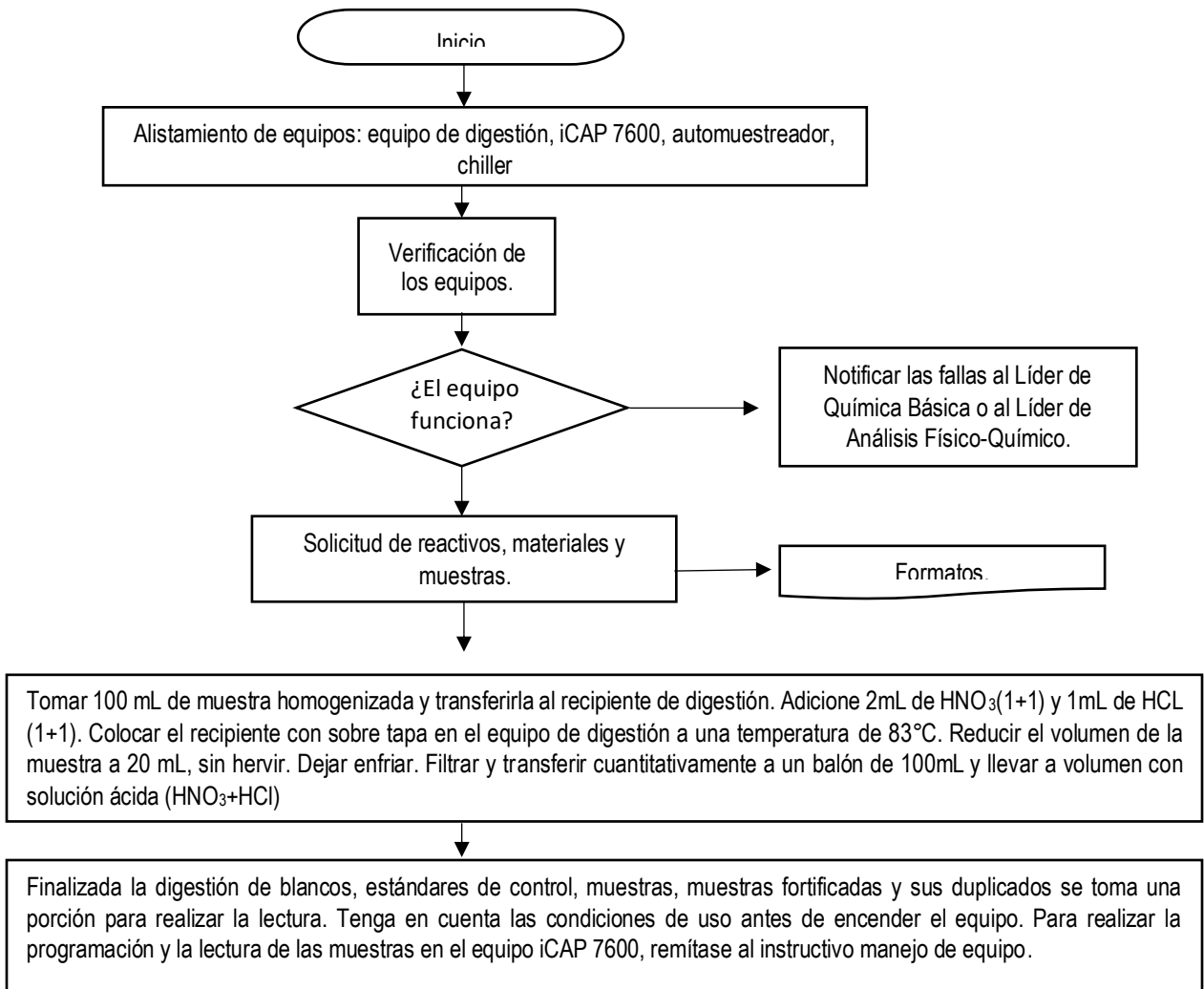
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Sor Liliana Caicedo González.
02	21/09/2018	Actualización con la edición 23 del Standard methods y resultados de confirmación del método. Realizado por Sor Liliana Caicedo González.
03	05/08/2019	Se incluye en control y aseguramiento de la calidad la verificación del LCM del método. La sensibilidad del método se cambia, no aplica por que cambia cada vez que se realiza alineación del equipo. Se cambia la preparación del CCV de acuerdo al método. Realizado por Sor Liliana Caicedo González.
04	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.


ELABORO: Liliana Caicedo González Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISO: Carlos Martín Velásquez Ramírez	APROBO: Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología
---	--	---

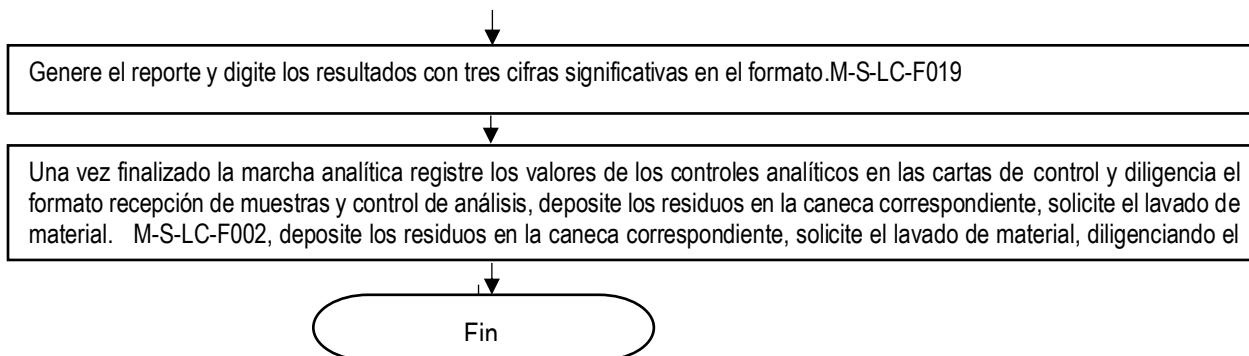
	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 12 de 21

	Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	
--	--	--

ANEXO 1. Diagrama



	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 13 de 21



ANEXO 2. Cuadro parámetros de confirmación.

Cuadro de Aluminio Total


CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0.0388	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,149	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,200	mg /L	
PRECISIÓN	15,4	%	Nivel de concentración bajo, 0,400 mg/L
	4,06	%	Nivel de concentración medio, 4,00 mg/L
	8,04	%	Nivel de concentración alto, 9,00 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	6,83	%	Nivel de concentración bajo, 0,400 mg/L
	1,97	%	Nivel de concentración medio, 4,00 mg/L
	3,83	%	Nivel de concentración alto, 9,00 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,200 - 10	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,200- 10	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 14 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	96	%	Nivel de concentración bajo
	93	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Cobre Total


CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00891	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,0485	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,200	mg /L	
PRECISIÓN	6,15	%	Nivel de concentración bajo, 0,400 mg/L
	3,51	%	Nivel de concentración medio, 4,00 mg/L
	7,47	%	Nivel de concentración alto, 9,00 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	6,45	%	Nivel de concentración bajo, 0,400 mg/L
	3,85	%	Nivel de concentración medio, 4,00 mg/L
	6,29	%	Nivel de concentración alto, 9,00 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,200 - 10	mg/L	Sin dilución de la muestra

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 15 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,200- 10	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	93	%	Nivel de concentración bajo
	90	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Manganeso Total

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00637	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,0209	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,200	mg /L	
PRECISIÓN	10,5	%	Nivel de concentración bajo, 0,400 mg/L
	5,59	%	Nivel de concentración medio, 4,00 mg/L
	9,75	%	Nivel de concentración alto, 9,00 mg/L

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 16 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	9,65	%	Nivel de concentración bajo, 0,400 mg/L
	6,00	%	Nivel de concentración medio, 4,00 mg/L
	7,81	%	Nivel de concentración alto, 9,00 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,200 - 10	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,200- 10	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	93	%	Nivel de concentración bajo
	90	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Plomo Total


CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00170	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,00663	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,0250	mg /L	

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 17 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PRECISIÓN	4,79	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	2,94	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	6,63	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	6,58	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	1,65	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	4,07	%	Nivel de concentración alto, , 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,0250–1,00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,0250- 1,00	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	86	%	Nivel de concentración bajo
	94	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes


Cuadro de Cadmio Total

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 18 de 21


CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00121	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,00338	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,0100	mg /L	
PRECISIÓN	6,71	%	Nivel de concentración bajo, 0,0200 mg/L
	4,44	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	8,38	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	8,10	%	Nivel de concentración bajo, 0,0200 mg/L
	4,38	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	7,29	%	Nivel de concentración alto, , 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,0100–1,00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,0100- 1,00	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	84	%	Nivel de concentración bajo
	90	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Cromo Total

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 19 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00359	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,0234	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,0250	mg /L	
PRECISIÓN	8,90	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	7,46	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	7,13	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	5,50	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	4,70	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	3,36	%	Nivel de concentración alto, , 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,0250–1,00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,0250- 1,00	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	79	%	Nivel de concentración bajo
	91	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Hierro Total

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 20 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,0161	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,0917	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,200	mg /L	
PRECISIÓN	15,6	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	6,35	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	7,38	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	3,88	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	5,90	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	8,84	%	Nivel de concentración alto, , 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,200– 10,0	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,200- 10,0	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	91	%	Nivel de concentración bajo
	88	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Níquel Total



**INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN
DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO.
SM. 3120B Y EPA 200.7.**

Código: M-S-LC-1026

Versión : 04

Fecha: 21/10/2020

Página: 21 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO

CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026

FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00258	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,0159	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,0250	mg /L	
PRECISIÓN	9,82	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	3,54	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	6,50	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2,52	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	5,43	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	9,74	%	Nivel de concentración alto, , 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,0250–1,00	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,0250- 1,00	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	81	%	Nivel de concentración bajo
	87	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Zinc Total



INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.

Código: M-S-LC-1026

Versión : 04

Fecha: 21/10/2020

Página: 22 de 21

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO

CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-1026

FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 20-09-2018

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0,00829	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0,138	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	0,200	mg /L	
PRECISIÓN	10,2	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	3,80	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	3,37	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	3,28	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	2,13	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	2,06	%	Nivel de concentración alto, , 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,200–10,0	mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0,200-10,0	mg /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	97	%	Nivel de concentración bajo
	99	%	Nivel de concentración alto
SENSIBILIDAD	N.A	N.A	Promedio de pendientes