

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Código: M-S-LC-I090
		Versión: 01
		Fecha: 10/03/2022
		Página: 1 de 19

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de metales totales en sedimentos por el método de la EPA 3050B. “Digestión ácida de sedimentos, lodos y suelos”.

2. ALCANCE

Este método inicia desde las definiciones de la técnica analítica, ejecución de la misma, hasta los cálculos y resultados; es aplicable a sedimentos, lodos y suelos. El método EPA 3050B se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental en sedimentos para la determinación de los siguientes metales: Cadmio, Plomo, Cromo, Níquel, Cobre, Hierro, Aluminio, Manganeso, y Zinc; los rangos de aplicación son:

Cadmio, Cromo, Cobre, manganeso, Zinc: 1 mg/Kg a 250 mg/Kg.

Plomo, Níquel: 1 mg/Kg a 250 mg/Kg.

Aluminio, Hierro: 10 mg/Kg a 750 mg/Kg.

La técnica solo se realiza en el LCA para las pruebas de desempeño de la Asociación Canadiense de Acreditación de Laboratorios CALA. Los resultados obtenidos en las pruebas de intercalibración a través de los años han sido conformes, por lo tanto, el método se considera validado. El método se aplica para la determinación de contenido total de Cadmio, Cromo, Cobre, manganeso, Zinc, Plomo, Níquel, Aluminio, Hierro en muestras de sedimento, mediante una digestión con $\text{HNO}_3 - \text{HCl} - \text{H}_2\text{O}_2$ basado en el método EPA 3050-B. Los análisis se llevan a cabo por espectrometría de emisión óptica, utilizando un plasma acoplado por inducción.

3. DEFINICIONES

- ICP-OES: Espectrometría de Emisión Óptica de Plasma de Acoplamiento Inductivo.
- Plasma: es el cuarto estado de la materia, donde las partículas están cargadas eléctricamente (ionizadas), el plasma se puede caracterizar como un gas ionizado; los átomos en este estado se mueven libremente; cuanto más alta es la temperatura más rápido se mueven los átomos en el gas, y en el momento de coalescer la velocidad es tan alta que se produce un desprendimiento de electrones. El plasma está contenido dentro de un tubo de cuarzo o cerámica conocido como antorcha y puede alcanzar temperaturas de hasta 10.000 °C.
- Acoplamiento inductivo: se forma mediante la siembra de iones en una corriente de argón que fluye a través de radiofrecuencia (RF) y campos magnéticos en la región de la inducción, bobina. Los iones se forman al someter el gas argón a una chispa de alto voltaje y esto provoca pequeñas cantidades de ionización del argón. Estos electrones e iones luego son acelerados por el campo magnético y chocan con otros átomos de argón, provocando una mayor ionización del argón y la subsiguiente formación de un plasma. El plasma es sostenido por la ionización continua del argón a través de colisiones inducidas por el campo magnético. Esta transferencia de energía se conoce como acoplamiento inductivo. La energía que se transfiere a los electrones e iones se origina en el generador de RF.¹
- Vista radial: es la configuración radial; donde el plasma se ve de lado. La vista de plasma radial, se acepta como la configuración con la mayor tolerancia para sólidos disueltos altos y otras matrices complejas. Esto se debe a niveles más bajos de interferencias de matriz en la región del plasma que se ve y que el plasma no deposita material en una interfaz. La vista de plasma radial ofrece menos sensibilidad que la vista axial,

¹ High performance radio frequency generator technology for the Thermo Scientific iCAP 7000 Plus Series ICP-OES

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Código: M-S-LC-I090
		Versión: 01
		Fecha: 10/03/2022
		Página: 2 de 19

sin embargo, es preferible para analizar muestras difíciles como materia orgánica o matrices sólidas muy disueltas, ya que la posición de visualización del plasma se puede optimizar para reducir las emisiones de fondo.

- Vista axial: es la configuración axial; donde el plasma se ve de frente. (a lo largo del plasma). La configuración de plasma vista axialmente ofrece una mayor sensibilidad que la configuración radial, pero tiene una mayor susceptibilidad a las interferencias de la matriz, ya que se ve todo el plasma, lo que aumenta la cantidad de luz observada tanto del analito como de las emisiones de fondo.
- Vista doble: es la configuración donde el plasma se puede ver en orientación radial o axial. Sin embargo, la combinación de una vista de plasma axial con una vista de plasma radial conmutable automáticamente en la configuración de vista de plasma dual produce un instrumento sensible y versátil con la capacidad de manejar una amplia gama de muestras con matrices complejas. El cambio entre las dos vistas de plasma se realiza mediante la óptica frontal.
- El ICV (Verificación inicial de la calibración) es la confirmación de que la calibración se realizó correctamente y se analiza después de leer las curvas de calibración. El criterio de aceptación es del 5% de su valor real. Si no se cumple con el criterio de aceptación, preparar nuevamente y si no cumple tomar medidas como recalibrar o cambiar los estándares.
- 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 una vez por cada lote de muestras. Para el CCV se utilizan criterios de aceptación del 5% de su valor real. Si no cumple con el criterio de aceptación, preparar nuevamente y si no cumple tomar medidas como calibrar nuevamente y realizar las lecturas de las muestras desde la última verificación de la calibración (CCV).
- 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.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual del sistema en seguridad y salud en el trabajo SGSST. - E-SGI-ST-M001 y las hojas de seguridad de los reactivos. Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos, en esta técnica son: bata, 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 instructivo de disposición final de residuos M-S-LC-I075.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Código: M-S-LC-I090
		Versión: 01
		Fecha: 10/03/2022
		Página: 3 de 19

5. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

5.1 Equipos

- ICP – OES.
- Auto-muestreador
- UPS
- Chiller
- Extractor
- Fuente de calor: ajustable y capaz de mantener una temperatura de 90-95 ° C. (por ejemplo: digestor de bloques, microondas, etc.) Equipo de digestión DigiPrep.
- Cabina de extracción para vapores inorgánicos.
- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.

5.1.1 Verificación de equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de su uso, realizar las verificaciones de calibración como indica el instructivo de manejo de cada equipo. Diligenciar el formato M-S-LC-F007 de control diario de manejo del equipo.

5.2 Materiales

- Consumibles: antorcha, nebulizador, tubo inyector, mangueras de desecho y de muestra, cámara de nebulización, codo, bases de antorcha y tubo inyector.
- Espátula metálica.
- Digtubo o erlenmeyer de 250 mL.
- Tubos plásticos para la lectura.
- Gradillas plásticas.
- Balones aforados clase A de 100 mL.
- Pipetas aforadas clase A de 5, 10, 15, 20, 25 mL.
- Transfer de 1ml, 5 ml, 10 ml.
- Frasco lavador.
- Pera de succión.
- Puntas para transfer pipetas.
- Papel Filtro cualitativo S&S 595, de 11 cm de diámetro.
- Embudos de filtración.

5.3 Reactivos

Solicitar los reactivos, vidriería y material diligenciando el formato M-S-LC-F039. Preparar los reactivos con anterioridad. Utilizar reactivos de alta pureza que sean de grado analítico y agua Ultra pura Tipo I (Grado Reactivo).

- Agua Tipo I
- Ácido nítrico HNO₃ al 60%.
- Ácido clorhídrico HCl al 30%.
- Peróxido de hidrógeno H₂O₂ al 30%.
- Soluciones de estándares trazables al ICP, referible a SRM de NIST, certipur de 1000mg/L de: Aluminio, Cadmio, Cromo, Cobre, Hierro, Manganeso, Níquel, Plomo y Zinc.

- Solución de Zn de 2 mg/L.
- Solución multi-elemental para test.
- Solución ácida de lavado.
- Recipiente de desechos.
- Gas Argón Grado 5.0.
- Gas Nitrógeno Grado 5.0.

5.3.1. Preparación de soluciones estándares intermedios:

- **Solución intermedia de 200 mg/L de Cromo, Cobre, Manganeso y Zinc:** Tomar 20 mL de la solución de 1000 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 200 mg/L de Cadmio, Plomo y Níquel:** Tomar 20 mL de la solución de 1000 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 200 mg/L de Hierro y Aluminio:** Tomar 20mL de la solución de 1000 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 100 mg/L de Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso y Zinc:** Tomar 10mL de la solución de 1000 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100 mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 100 mg/L de Plomo y Níquel:** Tomar 10mL de la solución de 1000 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100 mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 100 mg/L de Hierro y Aluminio:** Tomar 10mL de la solución de 1000 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100 mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 10 mg/L de Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso y Zinc:** Tomar 10 mL de la solución de 100 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 10 mg/L de Plomo y Níquel:** Tomar 10 mL de la solución de 100 mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.

5.3.2. Preparación de la curva de calibración.

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Punto de curva	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc	10	1	1	100	0.100
Plomo, Níquel.	10	1			0.100
Aluminio, Hierro.	100	1			1
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	10	5	2	100	0.500
Plomo, Níquel.	100	2			2
Aluminio, Hierro.	100	5			5

Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	100	2	3	100	2
Plomo, Níquel.	100	10			10
Aluminio, Hierro.	1000	2			20
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	100	10	4	100	10
Plomo, Níquel.	100	15			15
Aluminio, Hierro.	1000	5			50
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	1000	5.0	5	200*	25
Plomo, Níquel.	1000	5.0			25
Aluminio, Hierro.	1000	15			75

* La mitad de la solución se toma en un frasco de 100 ml para la realización del auto pico.

5.3.3. Preparación Limite de cuantificación del método LCM – verificación.

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	10	1	100	0.100
Plomo, Níquel.	10	1		0.100
Aluminio, Hierro.	100	1		1

5.3.4. Preparación del blanco fortificado de laboratorio (LFB)

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

Registre los resultados en el formato carta control de exactitud del método. M-S-LC-F055.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Código: M-S-LC-1090
		Versión: 01
		Fecha: 10/03/2022
		Página: 6 de 19

5.3.5. Preparación de la matriz fortificada.

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	1000	-	100	Las concentraciones se rotan
Plomo, Níquel.	1000	-		Las concentraciones se rotan
Aluminio, Hierro.	10.000	-		Las concentraciones se rotan

Registre los resultados en la carta de control de recuperación y duplicados del método. M-S-LC-F057.

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

Antes de leer las muestras se debe realizar una verificación inicial, con el ICV. Por cada diez muestras, es necesario verificar la confiabilidad de la curva de calibración con un CCV.

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc.	200	2.5	50	10
Plomo, Níquel.	200	2.5		10
Aluminio, Hierro.	200	10		40

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Las interferencias se pueden clasificar de la siguiente manera:

6.1 Interferencias espectrales

La emisión de luz de fuentes espectrales distintas del elemento de interés puede contribuir a la intensidad de la señal neta aparente. Las fuentes de interferencia espectral incluyen superposiciones de líneas espectrales directas, "alas" ensanchadas de líneas espectrales intensas, ocasionadas por emisión continua de recombinación de iones y átomos, emisión de bandas moleculares y luz parásita (dispersa) de la emisión de elementos en altas concentraciones. Evite la superposición de líneas, seleccionando longitudes de onda analíticas alternas. Evite o minimice otras interferencias espectrales eligiendo juiciosamente las posiciones de

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Código: M-S-LC-I090
		Versión: 01
		Fecha: 10/03/2022
		Página: 7 de 19

corrección de fondo “background”. Realice correcciones para la interferencia espectral residual usando el software de computadora suministrado por el fabricante del espectrómetro.

6.2 Interferencias no espectrales

a) Las interferencias físicas: son efectos asociados con los procesos de nebulización y transporte de muestras. 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 las muestras contienen más del 10 % (por volumen) de ácido o más de 1500 mg de sólidos disueltos/L, se analizan utilizando estándares de calibración que contienen un 5 % de ácido.

Siempre que se encuentre una matriz de muestra nueva o inusual que presente una interferencia física, diluya la muestra, usando estándares de calibración emparejados por matriz o aplicando el método de adición estándar. El alto contenido de sólidos disueltos también puede contribuir a la deriva del instrumento al provocar la acumulación de sal en la punta del orificio de gas del nebulizador. El uso de argón pre-humidificado para la nebulización de muestras reduce este problema. Un mejor control de la tasa de flujo de argón al nebulizador mediante un controlador de flujo másico mejora el rendimiento del instrumento.

b) 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 cuidadosa selección de las condiciones de funcionamiento (potencia incidente, posición de observación del plasma, etc.). Las interferencias químicas dependen en gran medida de la matriz de la muestra y del elemento de interés. Al igual que ocurre con las interferencias físicas, compénselas mediante el uso de estándares coincidentes de matriz o mediante la adición de estándares.

6.3 Condiciones Ambientales

De acuerdo a las especificaciones técnicas del equipo ICP, el rango de temperatura de operación del enfriador (Chiller) es de 15°C a 30°C.

El requisito de temperatura atmosférica es de 15 a 35 °C (de 60 a 95 °F). La humedad atmosférica debe ser de 20 a 80 % de humedad relativa, para una temperatura ambiente entre 15 y 30 °C y de 20 a 60 % de humedad relativa para una temperatura ambiente entre 30 y 35 °C. Las condiciones atmosféricas deben ser de un entorno sin condensación y no corrosiva.

Las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales M-S-LC-F021.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se toman de referencia las consideradas en el Standard Methods, SM 3020 for the Examination of Water and Wastewater edición 23, para este método se incluye la siguiente tabla:

Control de calidad SM 3020.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO.	Código: M-S-LC-I090
	DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN	Versión: 01
	SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Fecha: 10/03/2022
		Página: 8 de 19

Calibración	Verificación inicial de la calibración (ICV)	Blanco del Método (MB)	Verificación LCM.	Blanco fortificado en laboratorio (LFB) (estándares de control)	Duplicado de muestra.	Matriz fortificada en laboratorio (LFM)	Verificación de calibración continua (CCV)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)
X	X	X	X	X	X	X	X	X

El Laboratorio de Calidad ambiental establece los siguientes controles:

- ✓ Realizar las curvas de calibración. El coeficiente de La correlación lineal de la curva, debe ser $R^2 \geq 0.995$.
- ✓ 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 con el criterio de aceptación, preparar nuevamente y si no cumple tomar medidas como recalibrar o cambiar los estándares.
- ✓ Evalúe los resultados del blanco de reactivo en busca de contaminación; si los niveles de contaminación son inaceptables, identifique y elimine la fuente. Blanco del método (MB): Incluya un blanco con cada lote de muestras. La calificación del MB son las siguientes: Si el MB es > LCM, tomar las medidas correctivas; como realizar enjuagues prolongados con solución ácidas. 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 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 El criterio de aceptación de recuperación es de 70 a 130% para Cadmio, Plomo, Níquel, Cromo, Aluminio, Cobre, Manganeso, Zinc y para Hierro 60 a 140%; 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.
- ✓ El CCV (Verificación de la calibración). Analizar el estándar de verificación del instrumento, cada 10 muestras para determinar si se ha producido una desviación significativa del instrumento. Si el estándar no está dentro del 5 % de los valores esperados, finalice el análisis de las muestras, corrija el problema y vuelva a calibrar el instrumento. Utilice este análisis para verificar la precisión y la estabilidad de la calibración.
- ✓ 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.
- ✓ En ningún caso efectúe el análisis después de 6 meses posteriores a la toma de la muestra. Asegurando la confiabilidad del resultado.

Control establecido	Material de vidrio	Blanco del Método (MB)	Límite de cuantificación del método (LCM)	Blanco Fortificado En Laboratorio (LFB)	Duplicado (D)	Matriz fortificada en laboratorio (LFM) y Duplicado (LFMD)
Criterio de calidad	Utilizar el material con control de calidad y en buen estado.	Analizar un blanco (BK) por cada lote de 20 muestras o menos. Si el valor del blanco (BK) se encuentra por encima del nivel del límite de cuantificación del método, tomar medidas correctivas.	Incluir el LCM para su verificación con cada lote de muestras. El criterio de aceptación es del 15% de error relativo.	Procesar un estándar de control. Por cada 20 muestras o menos. El resultado del estándar de control debe encontrarse dentro de los límites establecidos en la carta de control del método. Registre los resultados en la carta de control de exactitud. M-S-LC-F055.	Realizar el duplicado de una muestra al azar para un lote de 20 muestras o menos. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 15%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis del duplicado.	El criterio de aceptación de recuperación es de 70 a 130% para Cadmio, Plomo, Níquel, Cromo, Aluminio, Cobre, Manganeseo, Zinc y para Hierro 60 a 140%; la diferencia porcentual relativa (RPD) entre la muestra fortificada y el duplicado debe ser inferior al 20%. Para un lote de 20 muestras o menos. Registre los resultados en la carta de control de recuperación y duplicados. M-S-LC-F057.

8. DESARROLLO

8.1. Principio del método.

Una fuente ICP consta de una corriente de gas argón ionizado por un campo de radiofrecuencia aplicado que normalmente oscila a 27,1 MHz. Este campo está acoplado inductivamente al gas ionizado por una bobina enfriada por agua que rodea una "antorcha" de cuarzo que sostiene y confina el plasma. Se genera una muestra de aerosol en un nebulizador y una cámara de pulverización apropiados y se lleva al plasma a través de un tubo inyector ubicado dentro del soplete. El aerosol de muestra se inyecta directamente en el ICP, sometiendo los átomos constituyentes a temperaturas de alrededor de 6000 a 8000°K. Debido a que esto da como resultado una disociación casi completa de las moléculas, se logra una reducción significativa en 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 la auto-absorción excepto en concentraciones muy altas. Por lo tanto, se observan rangos dinámicos lineales de cuatro a seis órdenes de magnitud para muchos elementos. La excitación eficiente proporcionada por el ICP da como resultado límites de detección bajos para muchos elementos. Esto, junto con el rango dinámico ampliado, permite la determinación eficaz de metales de múltiples elementos. La luz emitida por el ICP se enfoca en la rendija de entrada de un monocromador o un policromador que efectúa la dispersión. Se utiliza una rendija de salida alineada con precisión para aislar una porción del espectro de emisión para la medición de intensidad utilizando un tubo fotomultiplicador. El monocromador usa

una sola rendija de salida/fotomultiplicador y puede usar un mecanismo de exploración controlado por computadora para examinar la emisión de ondas.

El policromador utiliza múltiples rendijas de salida fijas y los correspondientes tubos fotomultiplicadores; monitorea simultáneamente todas las longitudes de onda configuradas utilizando un sistema de lectura controlado por computadora. El enfoque secuencial proporciona una mayor selección de longitudes de onda, mientras que el enfoque simultáneo puede proporcionar un mayor rendimiento de muestras.

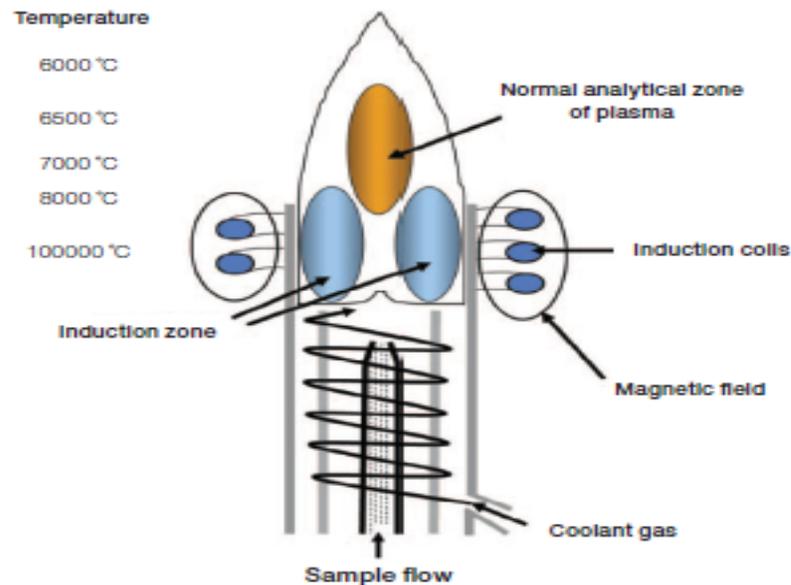
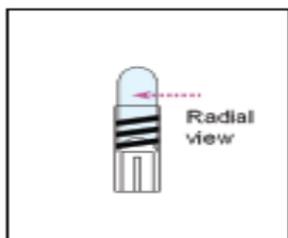


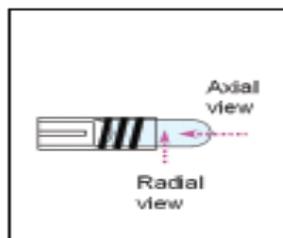
Diagrama de plasma, zonas de calentamiento y visualización.

La espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES) es una técnica de análisis elemental que obtiene sus datos analíticos de los espectros de emisión de elementos excitados dentro de un plasma de alta temperatura. El propósito del sistema óptico ICP-OES es separar longitudes de onda de luz específicas del elemento, emitidas desde la muestra excitada y enfocar la luz resuelta en el detector de la manera más eficiente posible. El espectrómetro se compone de dos secciones, la óptica delantera y el policromador. Cuando la luz sale del policromador se enfoca hacia el detector.

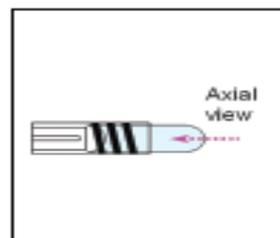
Configuraciones de visualización de plasma: Los instrumentos ICP-OES se pueden configurar como vista radial, axial o doble. En la configuración radial, el plasma se ve de lado, mientras que en la configuración axial; el plasma se ve de frente (a lo largo del plasma) y en la configuración de vista doble, el plasma se puede ver en orientación radial o axial.



a) Radial torch



b) Dual view
(Duo) torch



c) Axial only torch

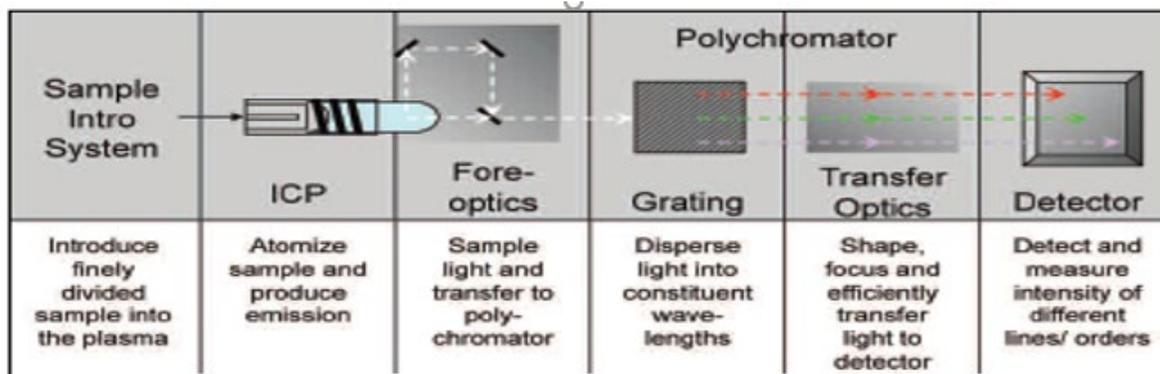
a) Antorcha radial

b) Vista doble(dúo) antorcha

c) Antorcha solo axial

La vista de **plasma radial** dedicada se acepta como la configuración con la mayor tolerancia para sólidos disueltos altos y otras matrices complejas. Esto se debe a niveles más bajos de interferencias de matriz en la región del plasma que se ve y que el plasma no deposita material en una interfaz. **La vista de plasma radial ofrece menos sensibilidad que la vista axial**, sin embargo, **es preferible para analizar muestras difíciles como materia orgánica o matrices sólidas muy disueltas**, ya que la posición de visualización del plasma se puede optimizar para reducir las emisiones de fondo. La configuración de plasma **vista axialmente ofrece una mayor sensibilidad que la configuración radial, pero tiene una mayor susceptibilidad a las interferencias de la matriz**, ya que se ve todo el plasma, lo que aumenta la cantidad de luz observada tanto del analito como de las emisiones de fondo.

Sin embargo, la combinación de una vista de plasma axial con una vista de plasma radial conmutable automáticamente en la configuración de vista de plasma dual produce un instrumento sensible y versátil con la capacidad de manejar una amplia gama de muestras con matrices complejas. El cambio entre las dos vistas de plasma se realiza mediante la óptica frontal



Esquema lineal simplificado de un instrumento ICP-OES que muestra el propósito de cada componente principal.

Sistema de introducción de muestra: introducir la muestra finamente dividida en el plasma.

ICP: atomizar muestra y producir emisión.

Óptica delantera: muestra de luz y transferencia a policromador.

Rejilla: dispersar la luz en longitudes de onda constituyentes.

Óptica de transferencia: enfoque de forma y transferencia eficiente de luz al detector.

Detector: detecta y mide la intensidad de diferentes líneas/órdenes.

8.2. Toma y preservación de muestras.

Las muestras se toman de acuerdo al instructivo M-S-LC-I004 de toma y preservación de muestras sedimentos y agua superficiales para la red de monitoreo de calidad del IDEAM.

La muestra una vez ingresa al laboratorio es procesada como indica el instructivo M-S-LC-I077 preparación de suelos y sedimentos para análisis.

8.3. Limpieza de vidriería y material de campo.

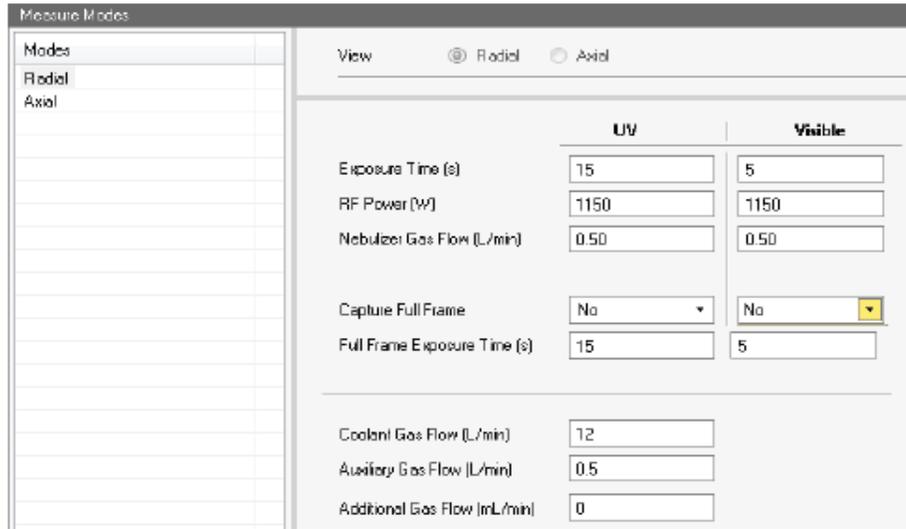
Remítase al instructivo de lavado de material de vidrio y plástico M-S-LC-I015. Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad y reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de metales.

8.4. Ejecución de la técnica.

- Acondicionamiento del Equipo: Remítase al instructivo del manejo del equipo. M-S-LC-I014 iCAP 7600. THERMO SCIENTIFIC e Instructivo M-S-LC-I042 de manejo del equipo de digestión DIGIPREP – SCP SCIENCE.
- Las longitudes de onda para la lectura de cada metal son las siguientes:

Metal	Longitud de onda (nm)	Modo de medición
Cadmio	228,802	Radial
Plomo	220,353	Radial
Cromo	283,563	Radial
Níquel	231,604	Radial
Aluminio	394,401	Radial
Cobre	324,754	Radial
Hierro	240,488	Radial
Manganeso	294,920	Radial
Zinc	213,856	Radial

Los parámetros instrumentales deben ser los que indica las siguientes imágenes:



The screenshot shows the 'Measure Modes' window with the following settings:

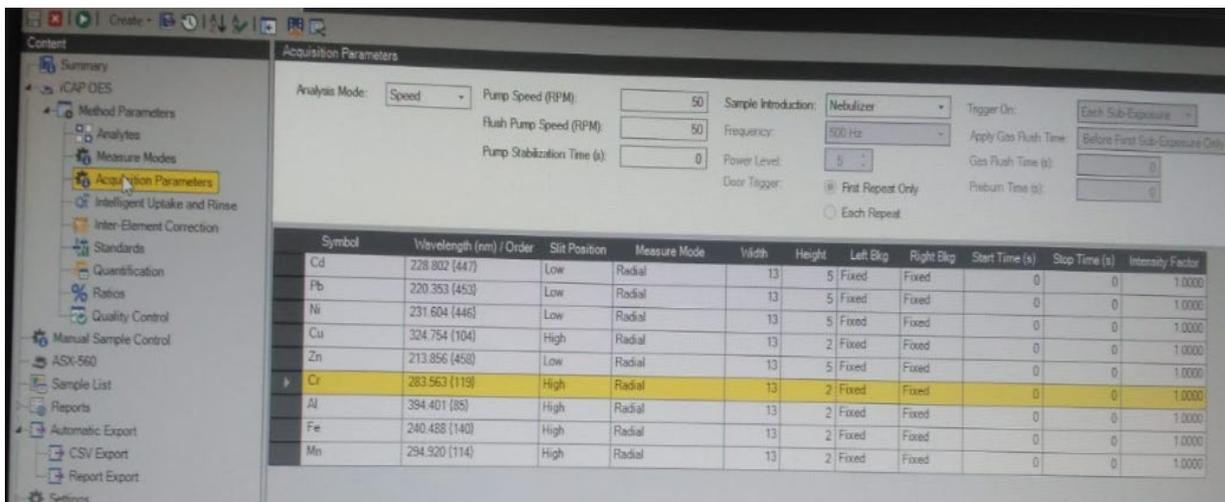
- Modes:** Radial (selected), Axial
- View:** Radial (selected), Axial
- UV Settings:**
 - Exposure Time (s): 15
 - RF Power (W): 1150
 - Nebulizer Gas Flow (L/min): 0.50
 - Capture Full Frame: No
 - Full Frame Exposure Time (s): 15
 - Coolant Gas Flow (L/min): 12
 - Auxiliary Gas Flow (L/min): 0.5
 - Additional Gas Flow (mL/min): 0
- Visible Settings:**
 - Exposure Time (s): 5
 - RF Power (W): 1150
 - Nebulizer Gas Flow (L/min): 0.50
 - Capture Full Frame: No
 - Full Frame Exposure Time (s): 5

Modo de medida:

Condiciones	UV	VISIBLE
Exposure time (Tiempo de exposición).	15	5
RF Power (W) (Potencia de Radiofrecuencia).	1150	1150
Nebulizer gas flow (L/min) (flujo del gas nebulizador).	0.50	0.50
Capture Full Frame (Capturar fotograma completo).	NO	NO
Full Frame Exposure Time (s) (Tiempo de exposición de fotograma completo) (s)	15	5

Coolant Gas Flow (L/min) (Flujo de gas refrigerante (L/min))	12
Auxiliary Gas Flow (L/min) (Flujo de gas auxiliar (L/min))	0.5
Additional Gas Flow (L/min) (Flujo de gas adicional (L/min))	0

Parámetros de adquisición:



The screenshot shows the 'Acquisition Parameters' window with the following settings:

- Analysis Mode:** Speed
- Pump Speed (RPM):** 50
- Flush Pump Speed (RPM):** 50
- Pump Stabilization Time (s):** 0
- Sample Introduction:** Nebulizer
- Frequency:** 800 Hz
- Power Level:** 5
- Door Trigger:** First Repeat Only (selected), Each Repeat
- Trigger On:** Each Sub-Exposure
- Apply Gas Flush Time:** Before First Sub-Exposure Only
- Gas Flush Time (s):** 0
- Purge Time (s):** 0

The table below shows the acquisition parameters for various elements:

Symbol	Wavelength (nm) / Order	Slit Position	Measure Mode	Width	Height	Left Blg	Right Blg	Start Time (s)	Stop Time (s)	Intensity Factor
Cd	228.802 (447)	Low	Radial	13	5	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Pb	220.353 (453)	Low	Radial	13	5	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Ni	231.604 (446)	Low	Radial	13	5	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Cu	324.754 (104)	High	Radial	13	2	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Zn	213.856 (458)	Low	Radial	13	5	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Cr	283.563 (119)	High	Radial	13	2	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Al	394.401 (85)	High	Radial	13	2	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Fe	240.488 (140)	High	Radial	13	2	Fixed	Fixed	0	0	1.0000
Mn	294.920 (114)	High	Radial	13	2	Fixed	Fixed	0	0	1.0000



Instituto de Hidrología,
Meteorología y
Estudios Ambientales

**INSTRUCTIVO DE ENSAYO.
DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN
SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.**

Código: M-S-LC-I090

Versión: 01

Fecha: 10/03/2022

Página: 14 de 19

- Calibración: Alistar previamente los estándares mixtos.
- Preparación de la muestra de sedimento: Las muestras a analizar se encuentran registradas en el formato de Recepción de muestras y control de análisis, M-S-LC-F002. Solicitar las muestras para análisis mediante el formato M-S-LC-F011.
- Utilice el sedimento procesado como indica el instructivo M-S-LC-I077 preparación de suelos y sedimentos para análisis.
- Digestión de las muestras:
 - ✓ Solicitar el formato de control de gestiones M-S-LC-F022.
 - ✓ Homogenizar muy bien la muestra, mezclando vigorosamente, para prevenir problemas de estratificación.
 - ✓ Pesar $2,0 \pm 0,01$ g en un digi-tubo o en un erlenmeyer de 250 ml y registrar el dato en el formato de control de digestiones. Por cada 20 muestras pesar los controles necesarios. (muestra, duplicado, fortificado, duplicado del fortificado).
 - ✓ Preparar las muestras fortificadas.
 - ✓ El blanco y los controles de calidad se procesan de la misma manera como se indica a continuación.
 - ✓ Adicionar 10 mL de ácido nítrico HNO_3 1:1, mezclar el sedimento, tapan el recipiente con un vidrio de reloj o dispositivo adecuado para recuperar el vapor. Llevar a una fuente de calor: ajustable, capaz de mantener una temperatura de $90-95^\circ\text{C}$; se deja de 10 a 15 minutos sin ebullición.
 - ✓ Dejar enfriar, adicionar 5 ml de HNO_3 concentrado, cubra el recipiente con un vidrio de reloj o dispositivo adecuado para recuperar el vapor; llevar a una fuente de calor por 30 minutos. Repita este paso hasta asegurar completa oxidación (ausencia de desprendimiento de gases color café).
 - ✓ Dejar que la solución se evapore hasta 5 ml sin ebullición a una temperatura de $90-95^\circ\text{C}$ por dos horas.
 - ✓ Dejar enfriar la muestra, adicionar 2 ml de agua y 3 ml de peróxido de hidrógeno H_2O_2 al 30 %, colocar en la fuente de calor y cubrir el recipiente con un vidrio de reloj o dispositivo adecuado para recuperar el vapor, para que la reacción con el peróxido se lleve a cabo, tenga precaución y evite las pérdidas por efervescencia excesivamente vigorosa. Se debe calentar hasta que la efervescencia disminuya.
 - ✓ Dejar enfriar.
 - ✓ Continuar adicionando 1 ml de peróxido de hidrogeno H_2O_2 al 30% con calentamiento, hasta que la efervescencia sea mínima o hasta que la apariencia de la muestra no cambie. No adiciones más de un total de 10 ml de H_2O_2 al 30%.
 - ✓ Tapan el recipiente con un vidrio de reloj o dispositivo adecuado para recuperar el vapor. Continuar calentando hasta que la solución se evapore 5 ml, sin ebullición a una temperatura de $90-95^\circ\text{C}$ por dos horas.
 - ✓ Dejar enfriar; adicionar 10 ml de ácido clorhídrico concentrado HCl a la muestra, Tapan el recipiente, llevar a la fuente de calor y dejar por 15 minutos a una temperatura de $90-95^\circ\text{C}$.
 - ✓ Dejar enfriar, diluir a 100 mL con agua ultra-pura. Las partículas de la digestión, se eliminará mediante filtración, centrifugación o dejando que la muestra se asiente.
 - ✓ Filtrar el digerido a través de un papel filtro cualitativo y recolectar el filtrado en un balón aforado de 100 ml.
 - ✓ Llevar a volumen a 100 ml con agua ultra pura, transfiera el filtrado a frasco de polipropileno. La muestra está lista para ser analizada.

Filtración - Filtrar a través de papel de filtro Whatman No. 41 (o equivalente).

Centrifugación: centrifugación a 2000-3000 rpm para Por lo general, 10 minutos son suficientes para eliminar el sobrenadante.

La solución digestada y diluida contiene aproximadamente un 5% (v / v) de HNO_3 Para el análisis.



Instituto de Hidrología,
Meteorología y
Estudios Ambientales

**INSTRUCTIVO DE ENSAYO.
DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN
SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.**

Código: M-S-LC-I090

Versión: 01

Fecha: 10/03/2022

Página: 15 de 19

- Una vez finalizada la marcha analítica, depositar los residuos en la caneca de metales, enjuagar el material de vidrio y dejarlo en la zona de lavado, diligenciar el formato de solicitud de lavado de material M-S-LC-F003.
- Registrar los valores de los controles analíticos en la carta de control, y diligenciar el formato de recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002.
- Digitar el registro de los resultados aprobados en la base de datos de AQUARIUS Samples.

8.5. Cálculos y resultados

El resultado es reportado directamente por el equipo, los resultados serán impresos en el formato de captura de datos primarios M-S-LC-F054 y expresado con tres decimales, como los saca el equipo. concentración es calculada usando la siguiente ecuación:

$$\frac{mg}{kg} = \frac{\text{Concentración del extracto } \left(\frac{mg}{L}\right) * \text{volumen extracto (0.1 L)}}{\text{peso de la muestra (Kg)}}$$

Reportar los resultados de metales con dos cifras decimales y en enteros para valores superiores a 999 mg/Kg. Digitar el registro de resultados en la base de datos del IDEAM. AQUARIUS Samples.

Recuperación Matriz fortificada (LFM):

$$LFM \% \text{ Recovery} = \left[\frac{LFM \text{ conc} \times (\text{spike vol} + \text{sample vol}) - (\text{sample conc} \times \text{sample vol})}{\text{spike solution conc} \times \text{spike vol}} \right] \times 100$$

Nota: La recuperación debe estar entre 70 y 130% para Cadmio, Plomo, Níquel, Cromo, Aluminio, Cobre, Manganeso, Zinc y para Hierro 60 a 140%. Reporte los resultados con 2 cifras decimales, en la carta de control correspondiente para cada metal.

Porcentaje de diferencia relativa (RPD): La diferencia porcentual relativa (RPD) entre la muestra fortificada y el duplicado debe ser inferior al 20%.

MUESTRAS FORTIFICADAS

$$\left[\frac{|LFM - LFMD|}{\left(\frac{LFM + LFMD}{2}\right)} \right] \times 100 = \%RPD$$

MUESTRAS

$$\left[\frac{|D_1 - D_2|}{\left(\frac{D_1 + D_2}{2}\right)} \right] \times 100 = \%RPD$$

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.	Código: M-S-LC-1090
		Versión: 01
		Fecha: 10/03/2022
		Página: 16 de 19

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

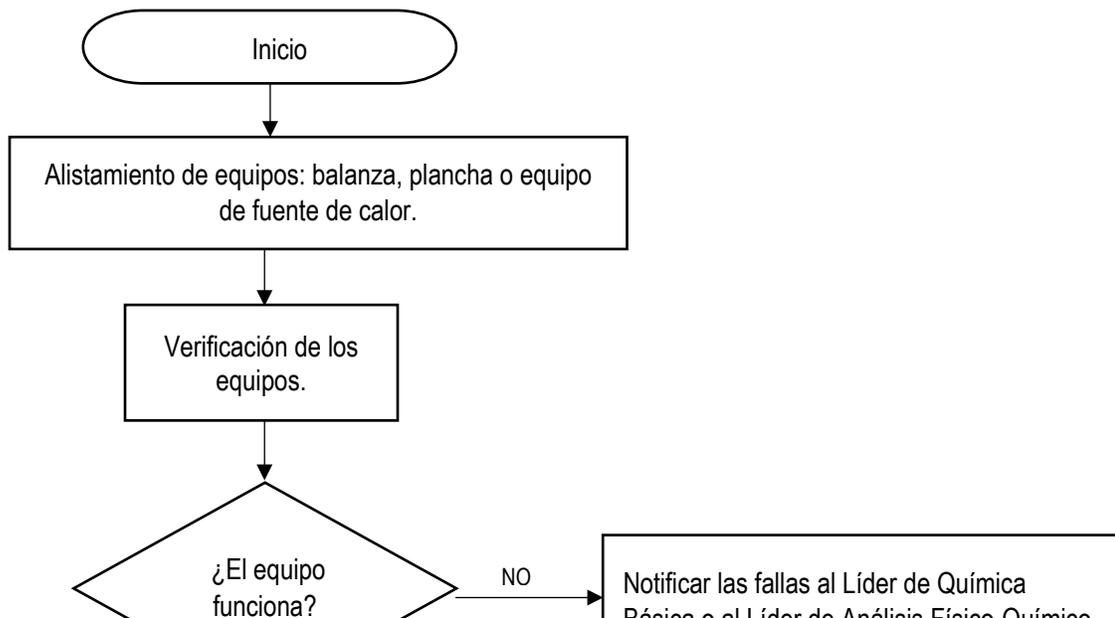
- EPA. Method 3050b acid digestion of sediments, sludges, and soils.
- APHA AWWA WEF Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 RD edition 2017 American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. Capítulo 3120 metales por espectroscopia de emisión de plasma.
- TP0528 metales totales en sedimentos por espectrofotometría de plasma V01.Subdirección de hidrología – Grupo de laboratorio de Calidad Ambiental. IDEAM.
- E-SGI-ST-M001 Manual Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo.
- PGIRESPEL. E-SGI-A-M002. Manual plan de gestión de residuos o desechos peligrosos.
- M-S-LC-1048 Instructivo de aseguramiento metrológico.
- M-S-LC-1050 Instructivo de buenas prácticas de laboratorio e ISO 17025.
- M-S-LC- 1051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.

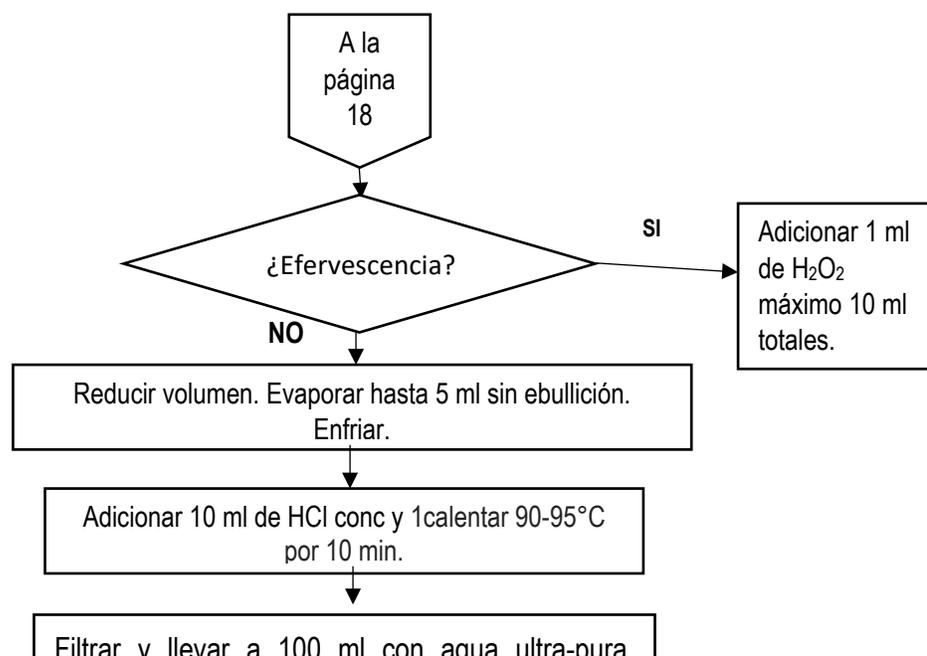
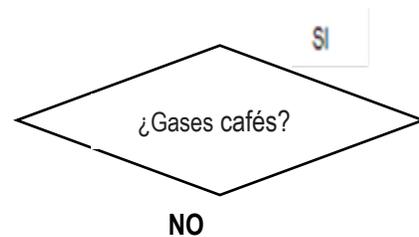
11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	10/03/2022	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Luz Adriana Ruiz Araujo.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:
Luz Adriana Ruiz Araujo Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Carlos M. Velásquez Martínez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Claudia María Ávila Laverde Coordinador Laboratorio Calidad Ambiental

ANEXO 1. Diagrama







Instituto de Hidrología,
Meteorología y
Estudios Ambientales

**INSTRUCTIVO DE ENSAYO.
DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES EN
SEDIMENTOS POR ICP ÓPTICO. EPA 3050B.**

Código: M-S-LC-1090

Versión: 01

Fecha: 10/03/2022

Página: 18 de 19

ANEXO 2.

FORTIFICADOS EN SEDIMENTOS RANGO 500-5000 mg/Kg .

Tomar 1 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 10mg/L. EQUIVALE 500mg/Kg

Tomar 2 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 20mg/L. EQUIVALE 1000mg/Kg

Tomar 2,5mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 25mg/L. EQUIVALE 1250mg/Kg

Tomar 3 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 30mg/L. EQUIVALE 1500mg/Kg

Tomar 3,5mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 35mg/L. EQUIVALE 1750mg/Kg

Tomar 4 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 40mg/L. EQUIVALE 2000mg/Kg

Tomar 4,5mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 45mg/L. EQUIVALE 2250mg/Kg

Tomar 5mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 50mg/L. EQUIVALE 2500mg/Kg

Tomar 5,5mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 55mg/L. EQUIVALE 2750mg/Kg

Tomar 6 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 60mg/L. EQUIVALE 3000mg/Kg

Tomar 6,5 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 65mg/L. EQUIVALE 3250mg/Kg

Tomar 7 mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 70mg/L. EQUIVALE 3500mg/Kg

Tomar 7,5mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 75mg/L. EQUIVALE 3750mg/Kg

Tomar 8mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 80mg/L. EQUIVALE 4000mg/Kg

Tomar 9mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 90mg/L. EQUIVALE 4500mg/Kg

Tomar 10mL de 1000 mg/L y llevar a volumen de 100 mL para una concentración de = 100mg/L. EQUIVALE 5000mg/Kg

SE PUEDE REALIZAR LOS CALCULOS CON LA SOLUCIÓN DE 10.000 mg/L. La cual sera de 10 veces si se toma 2ml se tendra 200 mg/L EQUIVALENTE 10000mg/kg (Al-Fe)