

 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 : 01
				Fecha: 14/12/2017
				Página: 1 de 12

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 5,00 mg/L

Los siguientes son los resultados obtenidos en la validación del método:

ATRIBUTOS DE VALIDACIÓN	Intervalo lineal	LDM		Precisión (%)			Exactitud (%)			Recuperación
				Concentración baja: % CV < 10%	Concentración media: % CV < 10%	Concentración alta: % CV < 10%	Concentración baja: % Error < 10%	Concentración media: % Error < 10%	Concentración alta: % Error < 10%	
CRITERIO DE ACEPTACIÓN	R ≥ 0.995	% Error < 10%	% CV < 10%							70% a 130%
METAL										
Cadmio	0.0100 mg/L – 1.00 mg/L	0.0100	mg/L	3,53	2,56	3,41	5,00	5,20	8,17	94,3 y 94,5
Plomo	0.0250 mg/L – 1.00 mg/L	0.0250	mg/L	5,85	2,49	3,16	5,23	5,23	5,9	93,3 y 94,0
Níquel	0.0250 mg/L – 1.00 mg/L	0.0250	mg/L	7,44	4,01	5,58	3,99	5,48	8,35	91,5 y 93,0
Cromo	0.0250 mg/L – 1.00 mg/L	0.0250	mg/L	8,45	1,91	1,93	5,63	4,71	6,41	93,8 y 94,2

ATRIBUTOS DE VALIDACIÓN	Intervalo lineal	LDM		Precisión (%)			Exactitud (%)			Recuperación
				Concentración baja: % CV < 10%	Concentración media: % CV < 10%	Concentración alta: % CV < 10%	Concentración baja: % Error < 10%	Concentración media: % Error < 10%	Concentración alta: % Error < 10%	
CRITERIO DE ACEPTACIÓN	R ≥ 0.995	% Error < 10%	% CV < 10%							70% a 130%
METAL										
Aluminio	0.200 mg/L – 5.00 mg/L	0.200	mg/L	7,96	2,86	2,90	8,36	1,34	3,80	94,8 y 97,2
Cobre	0.200 mg/L – 5.00 mg/L	0.200	mg/L	2,98	1,71	2,04	0,69	0,79	2,91	94,4 y 97,5
Hierro	0.200 mg/L – 5.00 mg/L	0.200	mg/L	4,71	4,63	3,72	3,46	1,39	1,75	87,1 y 94,2
Manganeso	0.200 mg/L – 5.00 mg/L	0.200	mg/L	2,77	3,02	1,74	3,00	1,21	3,07	94,4 y 97,0
Zinc	0.200 mg/L – 5.00 mg/L	0.200	mg/L	4,01	3,54	3,86	1,25	2,61	6,84	96,3 y 96,9

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-I026
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 2 de 12

3. DEFINICIONES

- ICP: Plasma acoplado por inducción.
- SM: Estándar método.
- LDM: Limite de detección del Método.
- 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 de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en las AZ del mueble Ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

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

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.

5.1 Equipos

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



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 μ L a 1000 μ L.
- 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 material necesarios para el desarrollo del análisis.

- Agua Tipo I
- Ácido nítrico 65%
- Ácido clorhídrico al 37%
- 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:

Registre las soluciones preparadas en el Libro "Registro de patrones y reactivos preparados" siguiendo las instrucciones que aparecen en su primera página. 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 100 mL 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)



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 : 01

Fecha: 14/12/2017

Página: 4 de 12

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

Nota: Todas las soluciones tienen una vigencia de 6 meses.

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	0.75			0.750
Cadmio	5	2	3	100	0.100
Plomo, Cromo, Níquel	5	5			0.250
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	1.5			1.50
Cadmio	100	0.5	4	100	0.500
Plomo, Cromo , Níquel	100	0.5			0.500
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	2.5			2.50
Cadmio	100	1	5	100	1.00
Plomo, Cromo, Níquel	100	1			1.00
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc,	100	5			5.00

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 5 de 12

5.3.4 Preparación estándares de control

5.3.4.1 Preparación estándares de control bajo

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio	10	0.100	100	0.0100
Plomo, Cromo, Níquel	10	0.250		0.0250
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc	10	2		0.200

5.3.4.2 Preparación estándares de control alto

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio	10	4	100	0.400
Plomo, Cromo, Níquel				
Aluminio, Cobre, Hierro, Manganeso, Zinc	10	20		2.00

5.3.5 Preparación del CCV (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	10	5	100	0.500
Aluminio Cobre Hierro Manganeso Zinc		15		1.50

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 6 de 12

5.3.6 Preparación del ICV (Verificación inicial de la calibración).

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio Níquel Plomo Cromo	10	3	100	0.300
Aluminio Cobre Hierro Manganeso Zinc		10		1.00

5.3.7 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	10	5	100	0.500
Aluminio Cobre Hierro Manganeso Zinc	100	2.5		2.50

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.



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 : 01

Fecha: 14/12/2017

Página: 7 de 12

- 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.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

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

Blanco del método (MB)	Blanco fortificado en laboratorio (LFB)	Matriz fortificada en laboratorio (LFM)	(LFMD) Duplicado matriz fortificada en laboratorio
X	X	X	X

Tomado del SM 3020

Tenga en cuenta los siguientes aspectos a la hora de reportar los análisis:

- (MB): Incluya al menos un Blanco diario por cada lote de 20 muestras o menos. Si cualquier medición de MB es igual o superior al límite de detección, tome las medidas correctivas. Esto puede incluir el re-análisis del lote de muestras. El blanco detecta contaminación. No debe ser superior al 50% del LDM.
- Incluir una matriz fortificada (LFM) y su duplicado por cada lote de 20 o menos muestras. La matriz fortificada se prepara adicionando una concentración de analito conocida (50% del rango lineal). 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 el porcentaje diferencial 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.
- Por cada lote de 20 muestras o menos leer dos estándares, uno bajo y uno alto. Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse estándares de calibración, material de vidrio, reactivos y blancos; el análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema. El criterio de recuperación está comprendido entre el 85 y 115%. Registrar los datos en la carta de control.



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 : 01

Fecha: 14/12/2017

Página: 8 de 12

- Registre los resultados de los estándares de control bajo y alto de cada uno de los metales con 3 cifras significativas, en la carta 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; comuníquelo 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 está comprendido entre un 95 y 105% del valor esperado. Sí no se cumple con el criterio de aceptación, 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 por cada 10 muestras o menos. Para el CCV se utilizan criterios de aceptación entre 90 y 110% del valor esperado. Sí no cumple con el criterio de aceptación, tomar medidas como calibrar nuevamente y realizar las lecturas de las muestras desde la última verificación de la calibración (CCV).

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.1 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 autoabsorción 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.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 9 de 12

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 $\text{pH} < 2$, generalmente, 1.5 mL de HNO_3 por litro de muestra. 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.

Remítase al instructivo relacionado con el lavado material de vidrio. 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 de la nevera y permita que se aclimaten.

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 digestiones 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 1 mL 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.
- Ajustar la temperatura del DigiPrep a 83°C .
- 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. ($\text{HNO}_3 + \text{HCL}$)
- 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.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-I026
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 10 de 12

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 sample list, el orden de lectura será el siguiente: Blanco de calibración, curva de calibración, ICV, CCV, blanco, estándares de control, 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:

Metal	Longitud de onda (nm)	Modo de medición
Cadmio	228,802	Axial
Plomo	220,353	Axial
Cromo	283,563	Axial
Níquel	231,604	Axial
Aluminio	396,152	Axial
Cobre	324,754	Axial
Hierro	259,940	Axial
Manganeso	257,610	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.
- La frecuencia de los controles durante las lecturas son la siguiente:

CONTROL	FRECUENCIA	CRITERIOS DE ACEPTACIÓN
Blanco	20	< 50% LDM
LFB (Blanco fortificado)	20	85-115%
ICV	1	95-105%
CCV	10	90-110%
LFM(Matriz fortificada)	20	70-130%
LFMD(Duplicado matriz fortificada)	20	Recuperación = 70-130% Diferencia porcentual=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.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES EN AGUA POR ICP ÓPTICO. SM. 3120B Y EPA 200.7.	Código: M-S-LC-1026
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 11 de 12

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.

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. 3120 B. 22ed, New York, 2012.
- Instructivo Lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio.
- Aseguramiento de calidad analítica.
- Verificación y auditoria de datos analíticos.
- Lineamientos de control de calidad analítica.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

ELABORO: Liliana Caicedo González Contratista - Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISÓ: Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBÓ: Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología
---	---	---

ANEXO 1. Diagrama

