 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCl 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 1 de 21

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de metales potencialmente biodisponibles en sedimento con base a la extracción HCl 1N y la determinación por ICP óptico, 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 sedimentos para la determinación de Aluminio, Cadmio, Cromo, Cobre, Hierro, Manganeseo, Níquel, Plomo 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

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

3. DEFINICIONES

- ICP: Plasma acoplado por inducción.
- SM: Standard Methods.
- 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.
- Metal potencialmente biodisponible: Se obtienen mediante una extracción débil y son aquellos metales adsorbidos por intercambio catiónico, por adsorción específica, precipitados como carbonatos y aquellos que están formando complejos solubles con la materia orgánica (Lacerda, 1998)

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 2 de 21

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.

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


- ICP iCAP 7600
- Chiller
- Automuestreador
- Extractor
- UPS
- Campana de extracción
- Balanza analítica
- Plancha de agitación

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 mLclase 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
- Filtro Whatman 595
- Montaje de filtración.
- Embudos de filtración.
- Frasco lavador

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCl 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 3 de 21

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 clorhídrico al 30%
- Estándares de Aluminio, Cadmio, Cromo, Cobre, Hierro, Manganeseo, Níquel, Plomo y Zinc, trazables al NIST.
- Argón Grado 5.0

5.3.1 Preparación de soluciones:

Registre las 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 HCl 1N: Tomar 600mL de agua Tipo I y 106mL de HCl concentrado y llevar a volumen de 1L.
- Blanco de enjuague: Tomar 600mL de agua Tipo I y 106mL de HCl concentrado y llevar a volumen de 1L.
- Blanco de calibración: Tomar 600mL de agua Tipo I y 106mL de HCl concentrado y llevar a volumen de 1L.
- 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 200mg/L de Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeseo y Zinc:** Tomar 20 mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 200mg/L de Plomo y Níquel:** Tomar 20 mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 200mg/L de Hierro y Aluminio:** Tomar 20mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 100mg/L de Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeseo y Zinc:** Tomar 10mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 100mg/L de Plomo y Níquel:** Tomar 10mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 100mg/L de Hierro y Aluminio:** Tomar 10mL de la solución de 1000mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 10mg/L de Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeseo y Zinc:** Tomar 10mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.
- **Solución intermedia de 10mg/L de Plomo y Níquel:** Tomar 10mL de la solución de 100mg/L de cada metal y llevar a un volumen de 100mL con solución HCl 1N.

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, 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	2.5	5	100	25
Plomo, Níquel	1000	2.5		25	
Aluminio, , Hierro	1000	15		200	75

5.3.4 Preparación del 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, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc	1000	-	25	Las concentraciones serán rotadas
Plomo, Níquel				
Aluminio, Hierro	1000	-		Las concentraciones serán rotadas

5.3.5 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, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc	1000	1	100	10
Plomo, Níquel				
Aluminio, Hierro	1000	4		40

5.3.6 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, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc, Plomo, Níquel	200	5	100	10
Aluminio Hierro		20		40

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, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc, Plomo, Níquel	1000	-	25	Las concentraciones serán rotadas
Aluminio Hierro	1000	-		Las concentraciones serán rotadas

5.3.8 Verificación del límite de cuantificación del método (LCM)

5.3.8.1 Preparación LCM

Metales	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la solución (mg/L)
Cadmio, Cromo, Cobre, Manganeso, Zinc	10	0,250	25	0,100
Plomo, Níquel	10	0,250		0,100
Aluminio, Hierro	100	0,250		1

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 6 de 21

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.

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 toman de referencia las consideradas en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater edición 23, SM 3020, para este método se incluye la siguiente tabla:

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

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:

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 7 de 21


- 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 $> \frac{1}{2}$ LCM, pero $<$ LCM y los resultados de la muestra son $>$ LCM, califique los resultados para indicar que se detectó el analito en el MB. 3. Si el MB es $>$ 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 las muestras nuevamente, si es necesario.
- 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.
- 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; comuníquela 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 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 una vez por cada 10 muestras. Para el CCV se utilizan criterios de aceptación del 5% de su valor real. Si 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).

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

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 8 de 21

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.

8.2 Toma y preservación de muestras.

Las muestras se colectan de acuerdo al instructivo M-S-LC-I004. Versión 01. Toma de muestras de aguas superficiales para la red de calidad del IDEAM, en el ítem toma de muestra de sedimentos para análisis de metales pesados y mercurio.


8.3 Limpieza de vidriería y material de campo.

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 Preparación de la muestra de sedimento:

Secado al aire de las muestras según la NTC-ISO 11464 numeral 5.2.1: Retire los fragmentos mayores de 2 mm con la mano y extienda todo el material en una capa de espesor de 15 mm, sobre una bandeja que no absorba humedad y que no cause contaminación y seque al aire (temperatura ambiente). Después de encontrarse seca la muestra, se homogeniza, se tritura y tamiza a través de una malla de 63µm, la cual permite que en esta fracción estén incluidas las arcillas, los limos y se concentren la totalidad de la materia orgánica y los metales pesados (Forstner y Salomons, 1980). La muestra tamizada se colecta en una bolsa plástica y queda lista para el análisis.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCl 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 9 de 21

8.4.2 Digestión de las muestras:

- Solicitar las muestras mediante el formato M-S-LC-F011.
- Solicitar el formato de control de digestiones M-S-LC-F022
- Homogenizar muy bien la muestra.
- Pesar $2,5 \pm 0,01$ g y registrar el dato en el formato de control de digestiones. Por cada 10 muestras pesar tres muestras por triplicado para la preparación de las matrices fortificadas de Aluminio, Hierro y los demás metales.
- Preparar las muestras fortificadas.
- Adicionar 25 mL de ácido clorhídrico 1N al recipiente de digestión que contiene la muestra.
- Cubrir las digestiones y dejarlas toda la noche.
- Al día siguiente, colocar las digestiones en constante agitación por una hora.
- Al cumplir la hora de agitación, bajar y filtrar las muestras en balones de 25 mL con filtros whatman 595 y llevar a volumen con HCl 1N.
- Transferir a recipientes plásticos de capacidad de 50 mL.
- Prepare los estándares de control, muestras fortificadas y duplicados y sométalos al mismo procedimiento de digestión.
- Trasladar las muestras al área de lectura. Si 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.

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

8.4.4 Calibración: Saque los estándares mixtos correspondientes al análisis de metales biodisponibles.

8.4.5 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, CCV, blanco, LCM, 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:

Metal	Longitud de onda (nm)	Modo de medición
Cadmio	228,802	Radial
Plomo	220,353	Radial

Metal	Longitud de onda (nm)	Modo de medición
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

- 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
LFB (Blanco fortificado)	De acuerdo a los límites de las cartas de control
ICV	5%
CCV	5%
LFM(Matriz fortificada)	60% - 140% para Hierro 70-130% para Cd, Pb, Ni, Cr, Al, Cu, Mn, Zn
LFMD(Duplicado matriz fortificada)	Recuperación = 60% - 140% para Hierro Recuperación= 70-130% para Cd, Pb, Ni, Cr, Al, Cu, Mn, Zn 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

El resultado es reportado por el equipo y será diligenciado en el formato captura de datos M-S-LC-F19 y expresado con tres cifras significativas los valores por debajo de 999 mg/Kg y valores superiores a 999 mg/Kg en enteros. La concentración es calculada usando la siguiente ecuación:

$$\frac{mg}{kg} = \frac{\text{Concentración del extracto} \left(\frac{mg}{L}\right) * \text{volumen extracto (0.025L)}}{\text{peso de la muestra (Kg)}}$$

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

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 11 de 21

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

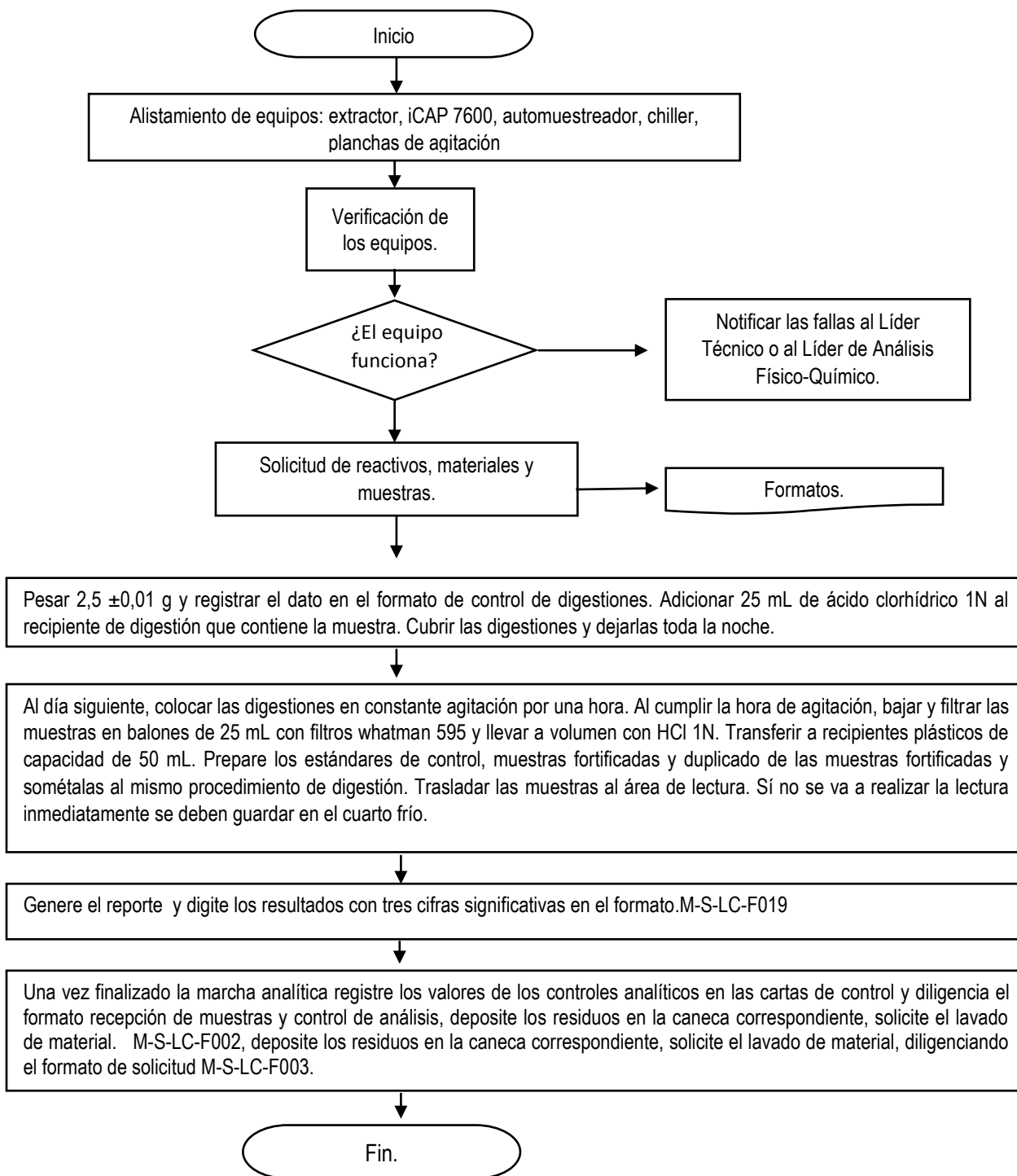
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 3020. 23ed., New York, 2017.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 3120B. 23ed., New York, 2017.
- Análisis de la dispersión geoquímica de metales traza en el Río Magdalena – Sector Tarquí (Huila). Ministerio de minas y energía e INGEOMINAS. Julio 1999.
- Instructivo Lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo
- Aseguramiento de calidad analítica.
- Verificación y auditoria de datos analíticos.
- Lineamientos de control de calidad analítica.
- Guía de referencia de la preinstalación del iCAP 7000.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	11/12/2018	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Sor Liliana Caicedo González.

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

ANEXO 1. Diagrama



	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 13 de 21

ANEXO 2. Cuadro de parámetros de Validación

Cuadro de Aluminio Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO:M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.0339	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.122	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	10.0	mg /Kg	1 mg/L en solución
PRECISIÓN	2,29	%	Nivel de concentración bajo, 2.00 mg/L
	1,47	%	Nivel de concentración medio, 30,0 mg/L
	1,24	%	Nivel de concentración alto, 60,0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2,85	%	Nivel de concentración bajo, 2.00 mg/L
	0,900	%	Nivel de concentración medio, 30.0 mg/L
	0,593	%	Nivel de concentración alto, 60.0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	10.0 – 750	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	10.0 – 750	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	85	%	Nivel de concentración bajo
	76	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0.41		
SENSIBILIDAD	423.862	N.A	Promedio de pendientes

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 14 de 21

Cuadro de Cobre Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.00423	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0130	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	5.11	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	3.78	%	Nivel de concentración medio, 10,0 mg/L
	3.31	%	Nivel de concentración alto, 20,0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1.45	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	2.52	%	Nivel de concentración medio, 10,0 mg/L
	1.85	%	Nivel de concentración alto, 20,0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 – 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	84	%	Nivel de concentración bajo
	79	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0.051		
SENSIBILIDAD	2627.795	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Manganeso Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.00433	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0228	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	4.50	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	2.97	%	Nivel de concentración medio, 10,0 mg/L
	3.25	%	Nivel de concentración alto, 20,0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1.05	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	3.93	%	Nivel de concentración medio, 10,0 mg/L
	2.85	%	Nivel de concentración alto, 20,0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 – 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	80	%	Nivel de concentración bajo
	85	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0,054		
SENSIBILIDAD	3434.120	N.A	Promedio de pendientes

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 16 de 21

Cuadro de Plomo Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LÍMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.0106	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0292	mg/L	
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	7.39	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	3.31	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	2.62	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2.50	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	1.49	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	1.50	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 - 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	81	%	Nivel de concentración bajo
	74	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0,074		
SENSIBILIDAD	195.610	N.A	Promedio de pendientes


	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 17 de 21

Cuadro de Cadmio Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.00264	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.00720	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	1.77	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	2.12	%	Nivel de concentración medio, 10.0 mg/L
	2.09	%	Nivel de concentración alto, 20.0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0.389	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	4.34	%	Nivel de concentración medio, 10.0 mg/L
	4.40	%	Nivel de concentración alto, 20.0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 - 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	76	%	Nivel de concentración bajo
	76	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	± 0,054		
SENSIBILIDAD	1815.773	N.A	Promedio de pendientes

Cuadro de Cromo Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.00540	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0218	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	3.38	%	Nivel de concentración bajo, 0.200 mg/L
	3.41	%	Nivel de concentración medio, 10.0 mg/L
	2.52	%	Nivel de concentración alto, 20.0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0.200	%	Nivel de concentración bajo, 0,200 mg/L
	3.92	%	Nivel de concentración medio, 10.0 mg/L
	2.65	%	Nivel de concentración alto, 20.0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 - 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	95	%	Nivel de concentración bajo
	76	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0,096		
SENSIBILIDAD	2005.482	N.A	Promedio de pendientes

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 19 de 21

Cuadro de Hierro Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.0219	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0495	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	10.0	mg /Kg	1,00 mg/L en solución
PRECISIÓN	4,42	%	Nivel de concentración bajo, 2.00 mg/L
	0,982	%	Nivel de concentración medio, 30.0 mg/L
	0,909	%	Nivel de concentración alto, 60.0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	3,95	%	Nivel de concentración bajo, 2.00 mg/L
	2,03	%	Nivel de concentración medio, 30.0 mg/L
	3,41	%	Nivel de concentración alto, 60.0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	10.0 - 750	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	10.0 - 750	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	71	%	Nivel de concentración bajo
	67	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0.60		
SENSIBILIDAD	533.499	N.A	Promedio de pendientes

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 20 de 21

Cuadro de Níquel Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL	0.00826	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0244	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	2.82	%	Nivel de concentración bajo, 0.200 mg/L
	2.16	%	Nivel de concentración medio, 10.0 mg/L
	2.46	%	Nivel de concentración alto, 20.0 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	4.83	%	Nivel de concentración bajo, 0.200 mg/L
	0.522	%	Nivel de concentración medio, 10.0 mg/L
	1.20	%	Nivel de concentración alto, 20.0 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 - 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	78	%	Nivel de concentración bajo
	76	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0,051		
SENSIBILIDAD	470.759	N.A	Promedio de pendientes

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE METALES POTENCIALMENTE BIODISPONIBLES EN SEDIMENTO POR ICP ÓPTICO. EXTRACCIÓN HCI 1N Y SM. 3120B MODIFICADO.	Código: M-S-LC-I043
		Versión : 01
		Fecha: 11/12/2018
		Página: 21 de 21

Cuadro de Zinc Total

CUADRO PARÁMETROS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I043			
FECHA DE INFORME DE VALIDACIÓN: 10-12-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.00217	mg/L	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	0.0698	mg/L	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	1.00	mg /Kg	0,100 mg/L en solución
PRECISIÓN	5.44	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	2.95	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	2.70	%	Nivel de concentración alto, 0,900 mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1.20	%	Nivel de concentración bajo, 0,0500 mg/L
	3.23	%	Nivel de concentración medio, 0,400 mg/L
	3.15	%	Nivel de concentración alto, ,0,900 mg/L
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.00 - 250	mg/Kg	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.00 – 250	mg /Kg	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	82	%	Nivel de concentración bajo
	77	%	Nivel de concentración alto
INCERTIDUMBRE	±0,035		
SENSIBILIDAD	1480.356	N.A	Promedio de pendientes