

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 1 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

TÍTULO: **METALES EN AGUA POR PLASMA ACOPLADO POR INDUCCIÓN (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)**

CÓDIGO: **TP0453**

VERSIÓN: **01**

COPIA N°: _____

ELABORADO POR:

 CARLOS JULIO CEDEÑO OCHOA
 Químico Msc

REVISADO Y

ACTUALIZADO POR:

 ROCIO DEL PILAR BOJACÁ
 Química

APROBADO POR:

 MARTA ELENA DUQUE SOLANO
 Coordinadora GLCA

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

DETERMINACION DE METALES PESADOS (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn) EN AGUAS POR PLASMA ACOPLADO POR INDUCCION

1.- INTRODUCCION

El presente método se aplica a la determinación de cadmio, cromo, cobre, níquel, plomo y cinc, en muestras de agua sin filtrar, lo cual se ha denominado en el laboratorio como metales totales, refiriéndose tanto a los metales solubles como a los presentes en la fracción de sedimentos recogidos con el agua, sometiendo la muestra para este propósito, a un ataque con ácido nítrico y peróxido de hidrógeno. El método se aplica tanto a aguas superficiales como residuales; se siguen las indicaciones del Standard Methods, 21 ed., de 2005

Los análisis se llevan a cabo por Espectrofotometría de Emisión, utilizando un Plasma Acoplado por Inducción, Varian, modelo Vista MPX.

1.1 Aspectos generales de los metales

Los metales han sido transportados a través del ciclo hidrológico desde la aparición del agua sobre el planeta tierra, ya que ésta se ha constituido no solamente en el medio de meteorización de los continentes, sino también, conjuntamente con la atmósfera, precisamente como medio de transporte de dichos metales.

Es necesario definir algunos términos referentes a este tema, para evitar confusiones. En primera instancia, se designa como **Metal Pesado** aquel que presenta una gravedad específica superior a 5 y por tanto cubre los elementos con peso específico superior al del sodio, cubriendo entonces a más de 70 elementos de la tabla periódica. No obstante, de esta larga lista, muy pocos se consideran peligrosos desde la perspectiva ambiental. Así mismo, se llama **Metal traza**, aquel cuya abundancia en la corteza terrestre no supera el 0,1 % o sea 1000 ppm; esta es una definición que se encuentra en algunos textos dedicados al tema ambiental, pero no hay un acuerdo al respecto, ya que en Geoquímica por ejemplo, se considera como elemento traza aquel que presenta niveles por debajo de 0,01%.

Hay algunos metales para los cuales no se conoce ninguna función biológica definida, como por ejemplo el mercurio, el cadmio, el plomo o el berilio, para nombrar algunos, mientras que hay otros que son necesarios a nivel de trazas por cumplir algún tipo de función en los organismos de los seres vivos como animales y plantas; a estos se les conoce con el nombre de **Metales Esenciales**. Son entonces considerados como tales, los elementos cuya ausencia causa que un organismo no

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

complete su ciclo de vida o de crecimiento. Igualmente, estos elementos se vuelven tóxicos cuando exceden los niveles nutricionales apropiados, generalmente, según Forstner (1979), por factores que oscilan entre 40 y 200 veces dichos niveles; Son esenciales por ejemplo, el hierro, el cobre, el cromo, el cinc, el manganeso, entre otros.

Los metales se presentan en los sistemas de agua natural no solo como producto normal de la meteorización de rocas y suelos, sino también por procesos de tipo antropogénico como la combustión de carbón y otros combustibles fósiles, procesamiento industrial de minerales, uso de los metales y compuestos metálicos, fundiciones, uso de pesticidas, lixiviación de basuras, etc.

Se producen entonces, al contacto con el sistema acuoso una serie de interacciones complejas tanto abióticas como biológicas que van a incidir en la presentación de los elementos en dicho sistema. Hay factores que inciden en la solubilidad y en la depositación de los compuestos tanto inorgánicos como orgánicos de los metales, siendo los más importantes el pH, el potencial redox, el tipo y concentración de los complejantes tanto orgánicos como inorgánicos y el estado de oxidación del elemento.

1.2 Plasma Acoplado por Inducción

Un Plasma puede ser definido como un *volumen luminoso de gas parcialmente ionizado*, aunque en espectroscopía el término normalmente se restringe a descargas excitadas eléctricamente. En los plasmas inductivamente acoplados, el plasma es generado por la interacción entre gas argón y campos magnéticos de radiofrecuencia inducidos por una espiral de cobre enrollada alrededor de la parte superior de una antorcha de cuarzo (fig. 1). La muestra se introduce generalmente en solución, bombeándola a través de un tubo capilar flexible mediante una bomba peristáltica hacia un nebulizador de tipo concéntrico para formar un aerosol fino. El aerosol pasa entonces a una cámara de atomización donde las gotas más finas son transportadas al centro de la antorcha de cuarzo donde se forma el plasma (fig 2).

En el plasma se distingue una zona que se designa como “**zona de inducción**”(conocida también como “fireball” o “bola de fuego”); es la región 2 en la fig. 2 y es el área donde la energía es transferida al plasma por la interacción entre el gas argón y el campo magnético de radiofrecuencia. Aquí se alcanzan temperaturas de alrededor de 10.000°K y no es una región apropiada para análisis, debido a las fuertes líneas de emisión generadas por el argón excitado, así como reacciones de recombinación ión-electrón. Viene entonces la “**zona inicial de radiación**”(región 4, fig.2) la cual se distingue por su forma de bala de color rojo si se utiliza una solución de ytrio o de color amarillo con soluciones de sodio. Allí las temperaturas son aun

muy altas (alrededor de 8000°K) y no deseables para propósitos analíticos; es aquí donde la muestra aspirada, rápidamente sufre desolvación (remoción del solvente), vaporización a nivel molecular, disociación a átomos, algunos de los cuales llegan a



Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

ionizarse, y excitación tanto de los átomos como de los iones: Por su parte la señal de emisión es causada por la reversión al estado basal o normal de estos iones y átomos excitados y se genera en un sitio del plasma conocido como “**Zona analítica normal**” (región 1 fig.2); es la zona donde la mayoría de los elementos emiten más intensamente. Allí la intensidad del “background” es baja lo que hace que esta región sea invisible hasta que una muestra sea aspirada. Las temperaturas pueden estar alrededor de 6000-7000°K. Es la zona utilizada para análisis. La señal se genera a una distancia entre 12-18 mm encima del tubo de inducción y se mide una vez ha pasado por el sistema óptico y el policromador del equipo, siendo captada por el detector del espectrofotómetro. Finalmente se puede observar otra región de nuevo coloreada de rojo con la solución de ytrio o amarillo con el sodio, que se extiende más allá de la zona analítica normal y que se designa como “**cola de la llama**” (región 3, fig.2).

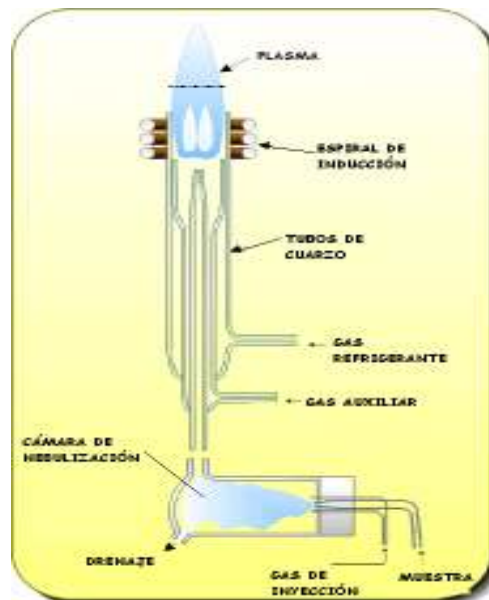


Figura 1.- Componentes principales para la generación de un plasma acoplado por inducción



Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

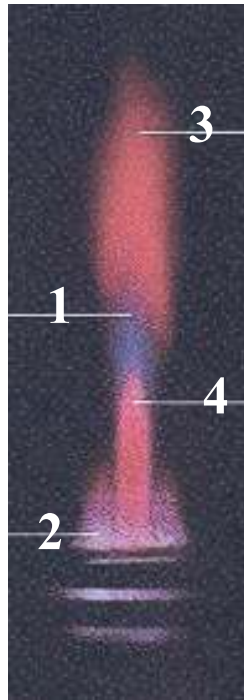


Figura 2.- Diferentes zonas generadas en un plasma acoplado por inducción.

En la figura 3 se pueden observar los diferentes componentes que constituyen un equipo de plasma acoplado por inducción. Cabe destacar que el plasma es un equipo que utiliza la emisión de los elementos, al igual que la fotometría de llama, pero debido a las altísimas temperaturas generadas por la excitación del gas argón, se obtienen sensibilidades muy superiores a esta técnica; así mismo, se produce una relación lineal entre la emisión y la concentración, de varios órdenes de magnitud, entre 5 y 6, lo cual ofrece una ventaja muy grande, ya que prácticamente no se requiere hacer diluciones, sino que bastaría con ampliar el rango de la curva, obteniendo siempre coeficientes de correlación cercanos a uno. Normalmente, para la mayoría de los elementos de transición, que son básicamente los de interés en los estudios ambientales, las concentraciones son relativamente bajas, por lo cual con curvas que cubran entre tres y cuatro órdenes de magnitud es más que suficiente para obtener datos para prácticamente todos los elementos traza estudiados.

Además, con el fin de aprovechar la ventaja adicional de este equipo de poder leer varios elementos al mismo tiempo, resultaría muy difícil preparar los puntos más altos de las curvas, ya que se tiene el limitante de las alícuotas muy grandes que habría que tomar, puesto que los estándares trazables más altos de partida son de

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 6 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

1000 ppm para la preparación de dichas curvas de calibración. Por este motivo y debido al amplísimo rango de trabajo que maneja la técnica, no se considera necesario trabajar sobre la linealidad.

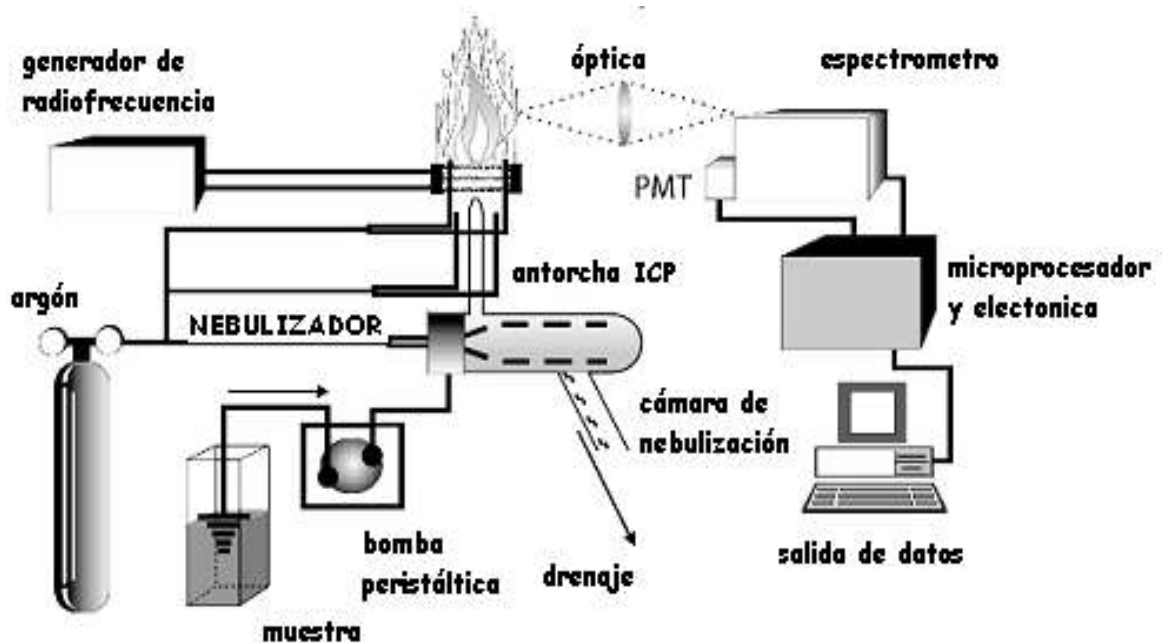


Figura 3.- Diferentes componentes de un equipo de Plasma Acoplado por Inducción.

2. DEFINICIONES

RF = Radiofrecuencia

UV = ultravioleta

VIS = visible

mg/L = miligramos por litro

µg/L = microgramos por litro

CV% = coeficiente de variación en porcentaje



Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL RELACIONADOS CON EL PLASMA ACOPLADO POR INDUCCIÓN VARIAN VISTA-MPX

La operación del Espectrómetro de Emisión Óptica por Plasma Inductivamente Acoplado (ICP-OES) involucra el uso de gases a presión, energía de radiofrecuencia de alto voltaje al igual que materiales delicados, como líquidos inflamables o fluidos corrosivos. El uso descuidado, impropio o inexperto de este espectrómetro puede causar muerte o serias lesiones al personal y/o daños severos al equipo e instalaciones.

3.1 PLASMA ACOPLADO POR INDUCCION

El plasma es extremadamente caliente (aproximadamente 10000°K) e irradia niveles peligrosos de radiofrecuencia (RF) y energía UV. La exposición al RF y UV puede causar daño severo a la piel, así como cataratas en los ojos mientras que un contacto muy cercano al plasma cuando está en operación puede causar severas quemaduras en la piel así como una descarga eléctrica que puede lanzar a la persona a considerable distancia causándole la muerte, o severo shock eléctrico e incluso quemaduras subcutáneas.

El plasma nunca debe ser operado a menos que:

- La puerta del compartimiento de la antorcha esté perfectamente cerrado, con el cerrojo completamente ajustado.
- El espacio encima de la chimenea esté libre de objetos.

La protección que tiene el compartimiento de la antorcha está diseñada para reducir las radiaciones UV, VIS y RF a niveles seguros. El espectrómetro tiene un sistema de seguridad diseñado para extinguir el plasma en caso de que falle el suministro de energía o se abra accidentalmente el compartimiento. NUNCA INTENTE abrirlo ud. mismo.

Antes de abrir el compartimiento de la antorcha apague primero el plasma, sea presionando F4 en el teclado, o con el mouse en el ícono “plasma off” en la barra de herramientas del software.

La antorcha y sus alrededores permanecen calientes hasta por cinco minutos después de que el plasma se ha apagado, El contacto con esta área antes de que esté suficientemente frío, puede causar quemaduras.

3.2 CALOR, VAPORES Y HUMOS

El calor, el ozono así como vapores y humos generados por el plasma, pueden ser peligrosos y deben ser extraídos del instrumento mediante un sistema de extracción apropiado (especificado)

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

en las instrucciones de preinstalación del representante autorizado). El sistema debe estar dirigido hacia el exterior, de acuerdo con las regulaciones locales y nunca hacia el interior del edificio. Verifique el sistema de extracción mediante prueba con humo para asegurar su correcto funcionamiento. Se debe encender el sistema antes de prender el equipo.

3.3 GASES COMPRIMIDOS

Todos los gases bajo presión (diferentes al aire) pueden crear peligro si se escapan a la atmósfera ya que producen un ambiente deficiente en oxígeno lo cual puede causar asfixia. El área de almacenamiento de los cilindros así como el área que rodea el equipo, deben estar convenientemente ventilados para evitar acumulación de gases.

Los cilindros de gas deben ser almacenados y manipulados de acuerdo con las regulaciones y códigos de seguridad locales.

El gas primario usado en el espectrómetro, para producir el plasma, es el argón. Así mismo, este gas, o el nitrógeno, pueden usarse como gas de purga del policromador. La pureza recomendada es por lo menos 99,996% para ambos gases.

3.4 PELIGROS ELÉCTRICOS

El sistema del espectrómetro y algunos accesorios, contienen circuitos y componentes eléctricos que operan a voltajes peligrosos. El contacto con ellos puede causar la muerte, heridas serias o choques eléctricos dolorosos. Los paneles o cubiertas que estén asegurados al equipo y accesorios, con tornillos, deben ser abiertas únicamente por personal autorizado y debidamente entrenado.

3.5 OTRAS PRECAUCIONES

El uso del espectrómetro, al igual que sus accesorios, puede involucrar materiales, solventes y soluciones inflamables, corrosivos, tóxicos o que presenten otro tipo de problemas. Dichos materiales pueden potencialmente producir explosiones, incendios, toxicidad y causar la muerte, heridas, etc. así como daño a los equipos.

Se debe por tanto observar estrictamente las prácticas de seguridad del laboratorio, en lo que respecta al uso, manejo y disposición de materiales peligrosos.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Las interferencias en plasma se pueden categorizar de la siguiente forma:

4.1 Interferencias espectrales.

Se refieren a emisiones de luz debidas a fuentes espectrales diferentes al elemento de interés, las cuales contribuyen a una intensidad de señal neta aparente. Las fuentes de interferencias espectrales, incluyen superposición de líneas espectrales directas, “alas” anchas de producidas por líneas espectrales intensas, emisiones continuas por recombinación ión-átomo, o luz dispersa ocasionada por emisión de elementos en altas concentraciones. Evite la superposición de líneas, seleccionando longitudes de onda analíticas alternas. Evite o minimice otras interferencias espectrales, mediante una selección juiciosa de las posiciones de corrección del “background”. Un “barrido” de longitudes de onda en la región donde aparece la línea del elemento es útil para detectar las posibles interferencias espectrales y seleccionar las posiciones para la corrección del “background”. Las correcciones para interferencias espectrales residuales se pueden lograr utilizando factores empíricos de corrección, o mediante el software del equipo que se esté utilizando.

4.2 Interferencias no espectrales.-

A) Interferencias de tipo físico: normalmente asociadas con los procesos de nebulización y de transporte. Cambios en las propiedades físicas de las muestras, tales como la viscosidad o tensión superficial, pueden causar errores significativos. Esto generalmente se presenta con muestras que contienen más de 10% (en volumen) de ácido o más de 1500 mg de sólidos disueltos/L y están siendo analizadas con estándares de calibración que contienen < de 5% de ácido. Si se presenta interferencia física, compénsela mediante dilución, adición estándar o por nivelación de matriz en los estándares.

B) Interferencias químicas: son causadas por formación de compuestos moleculares, efectos de ionización y efectos termoquímicos asociados con la vaporización y atomización en el plasma. Normalmente estos efectos no son pronunciados y pueden ser minimizados con una selección cuidadosa de las condiciones de operación (potencia, posición del plasma, etc.). Las interferencias químicas son altamente dependientes de la matriz de la muestra y del elemento de interés. Como con las interferencias físicas, se pueden compensar con nivelación de matriz de los estándares o por adiciones estándar.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

5. RESULTADOS DE LA VALIDACION DEL METODO

Los parámetros óptimos del equipo estudiados antes de la validación, se encuentran consignados en la tabla 1, mientras que en los cuadros aparecen los valores correspondientes obtenidos en la validación de cada metal.

TABLA 1 Condiciones básicas para lectura

Metal	Patrón de Chequeo mg/L*	Valores de referencia y obtenidos en el laboratorio: Intensidad (cuentas/seg)	Estándares de Calibración mg/L	λ nm	Radiofrecuencia KW	Altura del plasma mm	Flujo de nebulización L/min	Velocidad de la bomba peristáltica rpm
Cd	100	38378 (ref)	0.1, 0.5, 5.0, 50.0	226.5	1.4	12	0.7	30
		86742 (lab)						
Cr	100	33439 (ref)	0.05, 0.2, 2.0, 20.0	267.7	1.4	12	0.7	30
		89579 (lab)						
Cu	100	53785 (ref)	0.05, 0.2, 2.0, 20.0	327.4	1.4	12	0.7	30
		125002 (lab)						
Ni	100	9024 (ref)	0.5, 2.0, 5.0, 20.0	231.6	1.4	12	0.7	30
		11262 (lab)						
Pb	100	4051 (ref)	0.5, 2.0, 5.0, 20.0	220.4	1.4	12	0.7	30
		4051 (lab)						
Zn	100	42501 (ref)	0.1, 0.5, 5.0, 50.0	213.9	1.4	12	0.7	30
		76477 (lab)						

- El estándar utilizado en plasma como referencia de sensibilidad corresponde a un patrón de 100 mg/L de cada elemento; las tablas presentadas en el software del equipo muestran los valores de emisión (intensidad en cuentas por segundo) para cualquier elemento que se desee analizar (Valores Wholer); valor establecido (Wholer), aparece como (ref) y valor obtenido en el laboratorio, en negrilla. Los valores obtenidos en el laboratorio corresponden al promedio de varias lecturas de estándares más altos de las curvas de calibración para cada elemento, extrapolados a 100 mg/L, ya que las curvas no se construyeron hasta este nivel. Se anota que la concentración de 100 mg/L no alcanza al cuarto orden de magnitud y por tanto las curvas son completamente lineales aun en este nivel.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 11 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

CUADROS DE PARAMETROS DE ESTANDARIZACIÓN

CUADRO 1. Resultados Cadmio Total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CODIGO DEL PSO: TP0453			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACION: 30/10/2006			
PARAMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,04	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISION EN TERMINOS DE %CV	7,49	mg/L	Nivel de concentración 0,10
	5,49	mg/L	Nivel de concentración 50,0
EXACTITUD EXPRESADA COMO %DE ERROR RELATIVO	8,37	mg/L	Nivel de concentración 0,631
RANGO DE TRABAJO (puede aumentar hasta 6 órdenes de magnitud sin diluir)	0,04 - 50	mg/L	Sin dilución
RECUPERACION EXPRESADA COMO %	91,68	mg/L	Nivel de concentración 0,5
	91,90	mg/L	Nivel de concentración 15,0

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 12 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

CUADRO 2.- Resultados Cobre Total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CODIGO DEL PSO: TP0453			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACION: 30/10/2006			
PARAMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,04	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISION EN TERMINOS DE %CV	9,73	mg/L	Nivel de concentración 0,05
	4,37	mg/L	Nivel de concentración 20,0
EXACTITUD EXPRESADA COMO %DE ERROR RELATIVO	9,45	mg/L	Nivel de concentración 0,42
RANGO DE TRABAJO (puede aumentar hasta 6 órdenes de magnitud sin diluir)	0,04 - 20	mg/L	Sin dilución
RECUPERACION EXPRESADA COMO %	94,08	mg/L	Nivel de concentración 2,0
	94,96	mg/L	Nivel de concentración 8,0

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 13 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

CUADRO 3.- Resultados Cromo Total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CODIGO DEL PSO: TP0453			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACION: 30/10/2006			
PARAMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,04	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISION EN TERMINOS DE %CV	6,29	mg/L	Nivel de concentración 0,05
	4,45	mg/L	Nivel de concentración 20,0
EXACTITUD EXPRESADA COMO %DE ERROR RELATIVO	6,36	mg/L	Nivel de concentración 0,316
RANGO DE TRABAJO (puede aumentar hasta 6 órdenes de magnitud sin diluir)	0,04 - 20	mg/L	Sin dilución
RECUPERACION EXPRESADA COMO %	95,63	mg/L	Nivel de concentración 0,5
	95,26	mg/L	Nivel de concentración 8,0

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 14 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

CUADRO 4.- Resultados Níquel Total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CODIGO DEL PSO: TP0453			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACION: 30/10/2006			
PARAMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,2	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISION EN TERMINOS DE %CV	5,04	mg/L	Nivel de concentración 0,5
	4,54	mg/L	Nivel de concentración 20,0
EXACTITUD EXPRESADA COMO %DE ERROR RELATIVO	5,09	mg/L	Nivel de concentración 1,43
RANGO DE TRABAJO (puede aumentar hasta 6 órdenes de magnitud sin diluir)	0,2 - 20	mg/L	Sin dilución
RECUPERACION EXPRESADA COMO %	93,19	mg/L	Nivel de concentración 1,0
	94,17	mg/L	Nivel de concentración 8,0

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 15 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

CUADRO 5.- Resultados Plomo Total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CODIGO DEL PSO: TP0453			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACION: 30/10/2006			
PARAMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,5	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISION EN TERMINOS DE %CV	9,93	mg/L	Nivel de concentración 0,5
	5,61	mg/L	Nivel de concentración 20,0
EXACTITUD EXPRESADA COMO %DE ERROR RELATIVO	5,46	mg/L	Nivel de concentración 2,26
RANGO DE TRABAJO (puede aumentar hasta 6 órdenes de magnitud sin diluir)	0,5 - 20	mg/L	Sin dilución
RECUPERACION EXPRESADA COMO %	97,42	mg/L	Nivel de concentración 1,0
	93,06	mg/L	Nivel de concentración 8,0

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 16 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

CUADRO 6.- Resultados Cinc Total

NOMBRE DEL METODO: Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			
CODIGO DEL PSO: TP0453			
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACION: 30/10/2006			
PARAMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,04	mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISION EN TERMINOS DE %CV	8,33	mg/L	Nivel de concentración 0,1
	4,76	mg/L	Nivel de concentración 50,0
EXACTITUD EXPRESADA COMO %DE ERROR RELATIVO	6,44	mg/L	Nivel de concentración 1,8
RANGO DE TRABAJO (puede aumentar hasta 6 órdenes de magnitud sin diluir)	0,04- 50	mg/L	Sin dilución
RECUPERACION EXPRESADA COMO %	93,94	mg/L	Nivel de concentración 1,0
	94,62	mg/L	Nivel de concentración 15,0

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

6. TOMA Y PRESERVACION DE LA MUESTRA

Las muestras se colectan preferiblemente en envase de plástico, los cuales han sido previamente enjuagados con ácido nítrico, de acuerdo al procedimiento de lavado de material TP0125. En el caso de que se requiera realizar análisis de metales en fase soluble, la muestra debe filtrarse inmediatamente a través de filtro de acetato de celulosa de diámetro de poro de 0,45 μm y adicione ácido nítrico hasta $\text{pH} < 2,0$. Para el análisis de la muestra total (agua + sedimento), la muestra no se filtra, sino que simplemente se adiciona el ácido nítrico hasta $\text{pH} < 2$, teniendo en cuenta los instructivos TI0187: Instructivo de muestreo de Agua Residual, TI0347,: Instructivo de Muestreo de Agua Superficial y TI0207,: Instructivo Muestras análisis fisicoquímicos Aguas Superficiales. Las muestras así preservadas tienen un tiempo de almacenamiento de seis meses.

7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES

7.1. Aparatos

- Espectrofotómetro de Emisión de Plasma Acoplado por Inducción, VARIAN-MPX, con sistema de recirculación de agua
- Cilindro de gas Argón
- Extractor para vapores y humos generados por el plasma, ubicado aproximadamente a 30 cm encima de la cámara generadora del plasma.
- Plancha de calentamiento Schott Ceran, Thermolyne Cimarec 2 o equivalente.
- Cabina extractora para gases inorgánicos.

7.2. Reactivos

- Gas argón grado AP 4.8.
- Agua ultrapura.
- Acido nítrico, HNO_3 , 65% ultrapuro.
- Agua acidulada: Disuelva 2,5 mL de ácido nítrico al 65% grado ultrapuro en 2 L de agua ultrapura.
- Peróxido de hidrógeno, H_2O_2 , 30%.
- Soluciones patrón trazables a SRM de 1000 mg/L de Cadmio, Cromo, Cobre, Níquel, Plomo y Cinc.

7.3. Materiales

- Balones aforados clase A de 100 y 50 mL (cuello ancho)
- Erlenmeyers de 125 mL.
- Pipetas aforadas clase A de 1, 2, 4, 5, 10, 20, 25 y 50 mL.
- Probeta de 50 mL
- Pipeta pasteur.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

- Embudos de polipropileno de 5 cm. de diámetro.
- Papel de filtro cualitativo S&S 595, referencia 311610 de 11 cm de diámetro.
- Soporte para filtración.
- Frasco lavador.

8. LIMPIEZA DE VIDRIERIA

Todo el material incluyendo las botellas de muestreo, usado para la determinación de metales pesados debe someterse a lavado siguiendo las instrucciones del TP0125 (Procedimiento para Lavado de Material): lavar con jabón neutro y posteriormente sumergir en HNO₃ diluido al 10%. Reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de metales y utilice únicamente a la que se le haya efectuado control de calidad.

9. PROCEDIMIENTO PARA PREPARACION DE ESTANDARES PARA LA CURVA DE CALIBRACION

9.1. Estándar de 100 mg/L de Cr y Cu: se toma 10 mL de cada estándar de 1000 mg/L en un balón de 100 mL y se lleva a volumen con agua.

9.2. Estándar de 100 mg/L de Cd y Zn: Se toma una alícuota de 10 mL de cada estándar de 1000 mg/L y se lleva a volumen con agua.

9.3. Estándar de 100 mg/L de Ni y Pb: Se toma una alícuota de 10 mL de cada estándar de 1000 mg/L y se lleva a volumen con agua.

9.4. Estándar de 10 mg/L de Cr y Cu: Se toma 10 mL del estándar de 100 mg/L y se lleva a 100 mL con agua acidulada.

9.5. Estándar de 1 mg/L de Cr y Cu: Se toma 10 mL del estándar de 10 mg/L y se lleva a volumen con agua acidulada.

9.6. Estándar de 10 mg/L de Cd y Zn: Se toma 10 mL del estándar de 100 mg/L y se lleva a 100 mL con agua acidulada.

9.7. Estándar de 10 mg/L de níquel y plomo: Se toma 10 mL del estándar de 100 mg/L y se lleva a volumen con 100 mL de agua acidulada.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 19 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

9.8. Estándar conjunto de Cr y Cu: 0,05 mg/L; Zn y Cd: 0,10 mg/L; Ni y Pb: 0,5 mg/L: Se toma 5 mL del patrón de 1 mg/L de Cr y Cu; 1 mL del patrón de 10 mg/L de Cd y Zn y 5 mL del patrón de 10 mg/L de Ni y Pb y se lleva volumen con agua acidulada. Este estándar corresponde al primer punto de la curva de calibración.

9.9. Estándar conjunto de Cr y Cu: 0,2 mg/L; Zn y Cd: 0,5 mg/L; Ni y Pb: 2,0 mg/L: Se toma 2 mL del patrón de 10 mg/L de Cr y Cu; 5 ml del patrón de 10 mg/L de Cd y Zn y 2 mL de patrón de 100 mg/L de Ni y Pb y se lleva a volumen de 100 mL con agua acidulada. Este estándar corresponde al segundo punto de la curva de calibración.

9.10. Estándar conjunto de Cr y Cu: 2.0 mg/L; Zn y Cd: 5,0 mg/L; Ni y Pb: 5 mg/L: Se toma 2 mL del estándar de 100 mg/L de Cr y Cu, 5 mL del estándar de 100 mg/L de Zn y Cd; 5 mL de 100 mg/L de Ni y Pb y se lleva a volumen de 100 mL con agua acidulada. Este estándar corresponde al tercer punto de la curva de calibración.

9.11. Estándar conjunto de Cr y Cu: 20 mg/L; Zn y Cd: 50 mg/L; Ni y Pb: 20 mg/L: Se toma 2 mL de estándares de 1000 mg/L de Cr y de Cu; 5 mL de estándares de 1000 mg/L de Zn y de Cd y 2 mL de estándares de 1000 mg/L de Ni y de Pb y se lleva a volumen de 100 mL. Este estándar corresponde al cuarto punto de la curva de calibración.

10. PREPARACION DE ESTANDAR DE CONTROL

Se utiliza un estándar de control de 1 mg/L de los diferentes metales, para lo cual se toma 1 mL de la solución estándar de 100 mg/L, preparados en la sección 9 y se completa a 100 mL con agua acidulada.

11. DIGESTION DE BLANCOS, ESTANDAR DE CONTROL Y MUESTRAS DE AGUA ENTERAS (AGUA + SEDIMENTO) PARA ANALISIS DE METALES

- Preparar dos erlenmeyer de 125 mL, marcados como blanco, dos con estándar de control de 1 mg/L y los necesarios para las muestras y duplicados requeridos.
- Agitar vigorosamente las muestras para homogenizarlas.
- Se toma, con la probeta de 50 mL, alícuotas de 50 mL tanto de los blancos como los estándares de control y las diferentes muestras y duplicados. Se enjuaga la probeta entre cada alícuota, al menos dos veces con agua ultrapura y una con agua acidulada.
- A cada erlenmeyer se adiciona 5 mL de HNO₃ ultrapuro, 65% mas 1 mL de peróxido de hidrógeno al 30% y se agita suavemente.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01
Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

- El proceso de digestión se realiza utilizando calentamiento suave en las planchas. Esto equivale aproximadamente, si se tiene escala de 1 a 10, a un nivel entre 6 y 7; en caso de no tener escala, mover el botón aproximadamente entre un 60 y 70% antes de la posición máxima. Calentar durante aproximadamente dos horas, o hasta que se observe que solo queda alrededor de 5 mL de solución. Se debe tener precaución de no dejar secar la solución, ya que se puede perder parte de algunos metales. Deje enfriar y lave las paredes del erlenmeyer con un poco de agua acidulada.
- Colocar los embudos de polipropileno en los soportes, con el papel de filtro, de manera que el vástago quede dentro de los balones aforados de 50 mL. Se transfiere cuantitativamente las soluciones digeridas en los erlenmeyer, a los balones correspondientes, enjuagando varias veces, con agua acidulada. Finalmente se completa a volumen con el agua acidulada.
- Se agitan las soluciones con el fin de homogenizarlas y se transfieren a frascos de polipropileno identificados con el código de las muestras, estándares o el blanco correspondiente.
- Las soluciones quedan listas para el análisis en el espectrofotómetro de emisión por plasma.
- En caso de que la lectura no se vaya a realizar inmediatamente, se recomienda guardar las soluciones en el cuarto frío.

12. PROCEDIMIENTO DE ANALISIS

- Consulte el instructivo del Espectrofotómetro de Emisión por Plasma, VARIAN – MPX (TI0452). Siguiendo el instructivo adecuadamente, se tendrán definidos las curvas de calibración, estándares, las muestras y blancos y la secuencia para el análisis.
- Para la preparación de los estándares, se sigue el procedimiento explicado en el numeral nueve de este documento.
- La digestión de las muestras enteras para análisis de metales, se efectúan siguiendo las instrucciones dadas en el numeral 11.
- Introduzca la curva de calibración de acuerdo al instructivo.
- Realice las lecturas de las muestras aspirando cada una de ella en el orden anotado en el software. Debido a los varios órdenes de magnitud que maneja el equipo, normalmente todas las muestras entrarán en el rango de lectura. En el caso fortuito de que se sobrepasara el rango de concentración, sería necesario diluir la muestra. Anote de nuevo la muestra con el factor de dilución correspondiente. Toda la información queda registrada en el equipo, e incluso los valores de las muestras diluidas quedan debidamente calculadas.
- Analice el estándar de control cada 10 muestras aproximadamente, o a su juicio de acuerdo al número de muestras que se esté analizando.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 21 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

- aspire agua acidulada después de cada lectura para eliminar efectos de memoria.
- Una vez terminado el análisis, lave por unos minutos con agua acidulada y agua pura.
- Apague el equipo siguiendo los pasos dados en el Instructivo.

13. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CALCULO DE RESULTADOS

Como se dijo en la sección anterior, el equipo reporta directamente los resultados en mg/L y en caso de que sea necesario hacer diluciones, solo se requiere anotar el factor de dilución y el software hace el cálculo correspondiente.

14. SECCION DE CONTROL DE CALIDAD Y ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

El equipo no acepta curvas de calibración que no presenten al menos un coeficiente de correlación de 0,995. Normalmente las curvas obtenidas con las condiciones de la validación dan coeficientes de correlación por encima de 0,9999.

El equipo siempre va a mostrar valores de emisión incluso en los blancos, pues estas emisiones son impulsos eléctricos por segundo, que nunca dan un cero. Por tanto es conveniente correr más de un blanco, hasta que se obtenga un valor razonablemente estable, teniendo en cuenta que las variaciones del blanco son generalmente grandes, pero deben estar alrededor de un promedio determinado aproximado.

Se debe verificar que los estándares de control se mueven dentro de los parámetros establecidos; de otra manera, debe revisarse tanto los estándares de calibración como los materiales y los blancos. Corrija y reanude el análisis.

Los duplicados no deben, igualmente, mostrar diferencias mayores al 10%; en caso contrario, repetir el análisis.

Se deben llevar registros de los estándares de control de 1 mg/L, digeridos, en cartas de control para cada metal. Registre con las iniciales de analista y la fecha correspondiente.

Cuando los resultados se encuentren entre los límites de alarma y control, se debe revisar el procedimiento, para hallar la causa. Si algún dato cae fuera de los límites de control, se debe reexaminar y si se considera necesario, repetir el análisis de todo el grupo de muestras. Comunique cualquier anomalía al líder de análisis fisicoquímico o al oficial de calidad, revise e inicie de nuevo la marcha analítica una vez se autorice.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0453	Fecha de elaboración: 30/10/2006	Versión: 01	Página 22 de 22
	Metales en agua por Plasma Acoplado por Inducción (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)			

14. REFERENCIAS

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation*. 21ed., New York, 2005.
- Environmental Protection Agency. *Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes*. Cincinnati. United States. , 1983.
- IDEAM, Programa de Físicoquímica Ambiental. Estandarización de métodos analíticos. Bogotá, 2006.
- IDEAM, Programa de Físicoquímica Ambiental. Lineamientos para el control de calidad analítica. Bogotá, 2006.
- IDEAM, Programa de Físicoquímica Ambiental. Protocolo para la elaboración de PSO. Bogotá, 2006.
- Boss, Charles B., and Kenneth J. Freedman, 1989. *Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry*. Perkin Elmer Corporation.
- PRO and MPX ICP-OES Spectrometers. Operation Manual, 2001, VARIAN.
- FORSTNER, w. y G.T.W. WITTMAN, 1979.- *metal pollution in the aquatic environment*, Springer-Verlag, Berlin, Heilderberg, N.Y., p. 1-109