

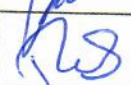

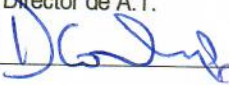


<b>TITULO:</b> ANALISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)		<b>CODIGO:</b> LRR-P-AS-01		
<b>APROBADO POR:</b> DAVID CONTRERAS P.		<b>VERSIÓN:</b> 27		
<b>FECHA DOCUMENTO:</b> 4.12.2019		<b>N° DE PAGINAS:</b> 27		
NOMBRE RECEPTOR	ENTREGADO		RETIRADO	
	FIRMA	FECHA	FIRMA	FECHA
SUSANA CASAS (original)		5.12.19		
DAVID CONTRERAS (Director de asistencia técnica)				
SAMUEL FLORES		5.12.19		
ROSA PARADA		5.12.19		

	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 1 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables

## 1. Objetivo e Introducción.

- Este procedimiento establece las actividades para realizar el análisis de metales totales en aguas residuales y aguas crudas (superficiales, subterráneas), por espectrometría de emisión por plasma con acoplamiento inductivo, ICP.
- Se debe elegir el método de digestión preliminar de la muestra según el contenido de materia orgánica, de acuerdo al anexo A de este procedimiento.

## 2. Alcance.

El procedimiento es aplicable a muestras de aguas residuales y aguas crudas (superficiales, subterráneas) y a los metales contenidos en el anexo B.


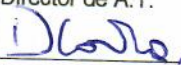
## 3. Principios.

El método se basa en una digestión preliminar de la muestra para reducir la interferencia de la materia orgánica y obtener el metal en forma disuelta, con posterior medición de la concentración de los elementos por espectrometría de emisión atómica, mediante la inyección de la muestra en un plasma de argón acoplado inductivamente.

## 4. Equipos, Materiales y Reactivos.

- 4.1 ICP Perkin Elmer Optima 5300 DV.
- 4.2 placa calefactora de rango de temperatura 150-450°C o similar, con controlador de temperatura.
- 4.3 material volumétrico tipo A de uso frecuente en el laboratorio (pipetas totales, matraces de aforo).
- 4.4 material de uso frecuente en laboratorio (vasos de precipitados, vidrio reloj, embudos analíticos, etc.)
- 4.5 material de seguridad apropiado (campana de extracción, antiparras, guantes, etc.)
- 4.6 cuaderno de ensayo, formularios respectivos según planilla control de registros.
- 4.7 bitácora del equipo.
- 4.8 agua para análisis clase 1, según NCh426/2 (máx. 2 uS/cm).
- 4.9 ácido nítrico concentrado p.a. 65%.
- 4.10 ácido clorhídrico concentrado p.a. 37%.
- 4.11 ácido sulfúrico concentrado p.a. 95-97%.
- 4.12 ácido perclórico concentrado p.a.
- 4.13 papel filtro de porosidad media (tamaño de poro de 5 a 10 um)
- 4.14 argón extra puro.
- 4.15 nitrógeno extra puro.
- 4.16 Solución estándar multielemento VIII, CertiPUR 100 mg/L, código 1.09492.0100, Merck.
- 4.17 Solución estándar monoelemento de Plata CertiPUR de 1000 mg/L 1.19797, Merck.
- 4.18 Solución estándar monoelemento de Molibdeno CertiPUR de 1000 mg/L 1.70227, Merck.
- 4.19 Solución estándar monoelemento de Vanadio Titrisol de 1000 mg/L 1.09994, Merck.
- 4.20 Solución estándar monoelemento de Estano CertiPUR de 1000 mg/l 1.70242, Merck.
- 4.21 Solución estándar monoelemento de Fosfato CertiPUR de 1000 mg/L 1.19898, Merck.



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 2 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10	
	<b>Elaborado por :</b> Químico Analista	<b>Revisado por :</b> Químico analista Jefe de Laboratorio	<b>Aprobado por :</b> Director de A.T. 		

**COPIA CONTROLADA**


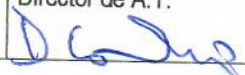
Laboratorio Recursos Renovables

## 5. Preparación de soluciones estándares para curva de calibración.

- a. Solución estándar multielemento VIII, CertiPUR de Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb y Zn de 100 mg/L.
- b. Solución multielemento de concentración intermedia de 10 mg/L para Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb y Zn.  
Tomar una alícuota de 10 mL de la solución estándar multielemento VIII, CertiPUR de 100 mg/L, agregarlo a un matraz de aforo de 100 mL, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- c. Solución multielemento de concentración intermedia de 1 mg/L para Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mn, Na, Ni, Pb y Zn.  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de 10 mg/L, agregarlo a un matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- d. **Solución monoelemento de Ag CertiPUR 1000 mg/L**
- e. Solución intermedia de Ag 100 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Ag de 1000 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- f. Solución intermedia de Ag 10 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Ag de 100 mg/L, agregarlo a un matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- g. Solución monoelemento de Ag 1 mg/L:  
Tomar una alícuota de 10 mL de solución de Ag de 10 mg/L, agregarlo a un matraz de aforo de 100 mL, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- h. **Solución monoelemento de Mo CertiPUR 1000 mg/L.**
- i. Solución intermedia de Mo 100 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Mo de 1000 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- j. Solución intermedia de Mo 10 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Mo de 100 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- k. Solución intermedia de Mo 1 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Mo de 10 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- l. **Solución monoelemento de V Titrisol 1000 mg/L**
- m. Solución intermedia de V 100 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de V de 1000 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- n. Solución intermedia de V 10 mg/L:  
Tomar una alícuota de 5 mL de solución de V de 100 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.
- o. Solución intermedia de V 1 mg/L:  
Tomar una alícuota de 10 mL de solución de V de 10 mg/L y llevar a matraz de aforo de 100 mL, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 3 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

**COPIA CONTROLADA**  
 Laboratorio Recursos Renovables

**p. Solución monoelemento de Sn CertiPUR 1000 mg/L**

**q. Solución intermedia de Sn 100 mg/L:**

Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Sn de 1000 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 4 mL de HCl concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**r. Solución intermedia de Sn 10 mg/L:**

Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Sn de 100 mg/L y llevar a matraz de aforo de 50 mL, adicionar 4 mL de HCl concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**s. Solución de PO<sub>4</sub> CertiPUR 1000 mg/L, equivalente a 326,1 mgP/L**

**t. Solución intermedia de PO<sub>4</sub> 100 mg/L, equivalente a 32,61 mgP/L:**

Tomar una alícuota de 10 mL de solución de PO<sub>4</sub> de 1000 mg/L y llevar a matraz de aforo de 100 mL, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**Nota 1:** La dilución seriada para soluciones de concentración intermedia, puede también prepararse en matraces de 50 mL, con alícuotas de 5 mL.

**Nota 2:** La frecuencia de preparación de los estándares intermedios y la curva de calibración será mensual.

**Nota 3:** La identificación de los envases contenedores de estándares de curva de calibración deben tener nombre del estándar; concentración estándar, fecha de preparación, fecha vencimiento, nombre responsable.

**Nota 4:** Almacenamiento de los estándares de calibración y control de exactitud debe realizarse en refrigerador 4°C ± 2°C

**6. Descripción de la Actividad y/o Metodología.**

**6.1 Preparación de estándares de calibración.**

**6.1.1 Preparación de la curva de calibración para análisis multielemento** (Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Zn) en rango de concentración 0,02 a 2 mg/L, (concentraciones mayores a 2 mg/L la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).

6.1.1.1 En matraces de aforo de 100 mL, conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, agregar alícuotas de soluciones estándar multielemento de concentración intermedia (preparadas según numeral 5b y 5c), de acuerdo a la siguiente tabla.

numeral	Conc. solución std intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/L)
5c	1	2	100	0,02
5c	1	5	100	0,05
5c	1	10	100	0,1
5b	10	2	100	0,2
5b	10	5	100	0,5
5b	10	10	100	1,0
5a	100	2	100	2,0


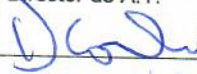
6.1.1.2 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado a cada solución.

6.1.1.3 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.

6.1.1.4 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada acidificada con ácido nítrico concentrado.

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



 <b>LRR</b> <small>LABORATORIO DE RECURSOS RENOVABLES</small>	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 4 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	<b>Elaborado por :</b> Químico Analista	<b>Revisado por :</b> Químico analista Jefe de Laboratorio	<b>Aprobado por :</b> Director de A.T.	

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables

**Nota 5:** Esta curva de calibración no es aplicable para Na, K, Ca, Mg cuando en la muestra se encuentren como elementos mayoritarios por sobre 2 mg/L.

**6.1.2 Preparación de la curva de calibración para análisis monoelemento plata** en rango de concentración 0,05 a 1 mg/L, (concentraciones mayores a 1 mg/L la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).

6.1.2.1 En matraces de aforo de 100 mL, conteniendo unos 50 mL de agua desionizada; tomar alícuotas de soluciones estándar de plata de concentración intermedia (preparadas según numeral 5e a 5g), de acuerdo a la siguiente tabla.

Numeral	Conc. solución std intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/L)
5g	1	2	100	0,02
5g	1	5	100	0,05
5g	1	10	100	0,1
5f	10	2	100	0,2
5f	10	5	100	0,5
5f	10	10	100	1,0

6.1.2.2 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado a cada solución.

6.1.2.3 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.

6.1.2.4 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada acidificada con ácido nítrico concentrado

**6.1.3 Preparación de la curva de calibración para análisis monoelemento molibdeno** en rango de concentración 0,05 a 1 mg/L, (concentraciones mayores a 1 mg/L la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).

6.1.3.1 En matraces de aforo de 100 mL, conteniendo unos 50 mL de agua desionizada; tomar alícuotas de soluciones estándar de Molibdeno de concentración intermedia (preparadas según numeral 5i a 5k), de acuerdo a la siguiente tabla.

Numeral	Conc. solución std intermedio (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/L)
5k	1	5	100	0,05
5k	1	10	100	0,1
5j	10	2	100	0,2
5j	10	5	100	0,5
5j	10	10	100	1,0

6.1.3.2 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado a cada solución.

6.1.3.3 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.

6.1.3.4 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada y acidificar con ácido nítrico concentrado.

**6.1.4 Preparación de la curva de calibración para análisis monoelemento vanadio** en rango de concentración 0,05 a 1 mg/L, (concentraciones mayores a 1 mg/L la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 5 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	<b>COPIA CONTROLADA</b> Laboratorio Recursos Renovables

6.1.4.1 En matraces de aforo de 100 mL, conteniendo unos 50 mL de agua desionizada; tomar alícuotas de soluciones estándar de vanadio de concentración intermedia (preparadas según numeral 5m a 5o), de acuerdo a la siguiente tabla.

Numeral	Conc. solución std intermedio (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/L)
5o	1	5	100	0,05
5o	1	10	100	0,1
5n	10	2	100	0,2
5n	10	5	100	0,5
5n	10	10	100	1,0

6.1.4.2 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado a cada solución.

6.1.4.3 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.

6.1.4.4 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada y acidificar con ácido nítrico concentrado.

6.1.5 **Preparación de la curva de calibración para análisis monoelemento estaño** en rango de concentración 0,2 a 2 mg/L, (concentraciones mayores a 2 mg/L la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).

6.1.5.1 En una serie distinta de matraces de aforo de 100 mL, conteniendo unos 50 mL de agua desionizada; tomar alícuotas de soluciones estándar de estaño de concentración intermedia (preparadas según numeral 5q y 5r) de acuerdo a la siguiente tabla.

Numeral	Conc. solución std intermedio (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/L)
5r	10	2	100	0,2
5r	10	5	100	0,5
5r	10	10	100	1,0
5q	100	2	100	2,0

6.1.5.2 Adicionar 8 mL de ácido clorhídrico concentrado a cada solución.

6.1.5.3 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.


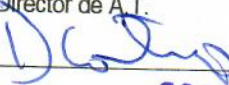
6.1.5.4 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada y acidificar con ácido clorhídrico concentrado.

6.1.6 **Preparación de la curva de calibración para análisis fósforo** en rango de concentración 0,326 a 6,52 mgP/L, (concentraciones mayores a 6,52 mgP/L la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).

6.1.6.1 En una serie distinta de matraces de aforo de 100 mL, conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, tomar alícuotas de solución intermedia de fósforo de concentración 32,61 mgP/L (preparada según numeral 5t) de acuerdo a la siguiente tabla.

Numeral	Volumen alícuota (mL)	C solución std intermedio (mgP/L)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/PL)
5t	1	32,61	100	0,326
5t	2	32,61	100	0,652
5t	3	32,61	100	0,978
5t	5	32,61	100	1,63
5t	10	32,61	100	3,26
5t	20	32,61	100	6,52



 <b>LRR</b> <small>LABORATORIO DE RECURSOS RENOVABLES</small>	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 6 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

**COPIA CONTROLADA**

Laboratorio Recursos Renovables

6.1.6.2 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado a cada solución.

6.1.6.3 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.

6.1.6.4 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada y acidificar con ácido nítrico concentrado.

**6.1.7 Preparación de la curva de calibración para análisis de elementos mayoritarios Ca, Mg, K, Na** desde solución estándar multielemento VIII, CertiPUR entre 1,0 y 10 mg/L, (concentraciones mayores a 10 mg/L, la muestra deberá ser sometida a un proceso de dilución).

numeral	Conc. solución std intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen aforo (mL)	Conc. estándar de calibración (mg/L)
5b	10	5	50	1,0
5b	10	10	50	2,0
5a	100	3	50	6,0
5a	100	5	50	10,0

6.1.7.1 Adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado a cada solución.

6.1.7.2 Completar a volumen de aforo con agua desionizada.

6.1.7.3 Preparar blanco de calibración, con agua desionizada y acidificar con ácido nítrico concentrado.

**6.2 Preparación de las soluciones estándares para control de exactitud.**

**6.2.1 Solución estándar multielemento VIII**, CertiPUR de Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb y Zn de 100 mg/L.

**a. Solución control multielemento de concentración intermedia de 10 mg/L.**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Agregar 10 mL de la solución multielemento VIII de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo de 100 mL con agua para análisis.

**b. Solución control multielemento de concentración intermedia de 5 mg/L.**

En un matraz de aforo de 10 mL conteniendo unos 2 mL de agua desionizada, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Agregar 5 mL de la solución multielemento intermedia de 10 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**Nota 6:** Para control de exactitud de los elementos Na, K, Ca, Mg, sólo se realiza estándar control, utilizando estas mismas soluciones.

**6.2.2 Solución control monoelemento de Ag CertiPUR 1000 mg/L**


**a. Solución control de concentración intermedia de Ag 100 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Ag de 1000 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**b. Solución control de concentración intermedia de Ag 10 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Agregar una alícuota de 10 mL de solución de Ag de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 7 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	

COPIA CONTROLADA

**c. Solución control de concentración intermedia de Ag 5 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Agregar una alícuota de 5 mL de solución de Ag de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**6.2.3 Solución control monoelemento de Mo CertiPUR 1000 mg/L**

**a. Solución control de concentración intermedia de Mo 100 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de Mo de 1000 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**b. Solución control de concentración intermedia de Mo 10 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de Mo de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**c. Solución control de concentración intermedia de Mo 5 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Agregar una alícuota de 5 mL de solución de Mo de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**6.2.4 Solución control monoelemento de V Titrisol 1000 mg/L**

**a. Solución control de concentración intermedia de V 100 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de solución de V de 1000 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**b. Solución control de concentración intermedia de V 10 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 1 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de solución de V de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**c. Solución control de concentración intermedia de V 5 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Agregar una alícuota de 5 mL de solución de V de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**6.2.5 Solución control monoelemento de Sn CertiPUR 1000 mg/L**


**a. Solución control de concentración intermedia de Sn 100 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 8 mL de HCl p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Sn de 1000 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**b. Solución control de concentración intermedia de Sn 10 mg/L**

En un matraz de aforo de 50 mL conteniendo unos 25 mL de agua desionizada, adicionar 8 mL de HCl p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de solución de Sn de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 8 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	COPIA CONTROLADA

**c. Solución control de concentración intermedia de Sn 5 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, adicionar 8 mL de HCl p.a. concentrado y mezclar. Agregar una alícuota de 5 mL de solución de Sn de 100 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**6.2.6 Solución control Fosfato CertiPUR 1000 mg/L, equivalente a 326.1 mgP/L.**

**a. Solución control de concentración intermedia de P 32.6 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 10 mL de solución de P de 326.1 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**b. Solución control de concentración intermedia de P 16.3 mg/L**

En un matraz de aforo de 100 mL conteniendo unos 50 mL de agua desionizada, adicionar 2 mL de HNO<sub>3</sub> p.a. concentrado y mezclar. Tomar una alícuota de 5 mL de solución de P de 326.1 mg/L y llevar a volumen de aforo con agua para análisis.

**6.3 Preparación de la muestra para metales totales.**

6.3.1 Estabilizar la muestra a la temperatura ambiente.

6.3.2 Elegir y aplicar el procedimiento de digestión de la muestra de acuerdo a lo señalado en 6.3.6 de este procedimiento (este depende del tipo y características de la matriz y del metal a analizar).

6.3.3 Someter la muestra al procedimiento de digestión elegido,

6.3.4 Si el digerido presenta sólidos suspendidos, proceder a filtrar en papel filtro cualitativo Whatman N°2 o similar.


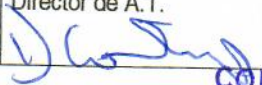
6.3.5 Si la muestra digerida no es analizada de inmediato, guardar en frascos plásticos limpios y refrigerar hasta el análisis.

6.3.6 En términos generales se proponen los siguientes medios para la digestión de muestras:

- La digestión con ácido nítrico sólo es adecuada para muestras claras o con materiales fácilmente oxidables. Este tipo de digestión tiene la ventaja de entregar una matriz sin interferencia por la incorporación de ácidos o compuestos relativamente difíciles de volatilizar en el plasma y tampoco afecta la viscosidad de la solución.
- La digestión con ácido nítrico- peróxido es adecuada para muestras con materia orgánica fácilmente oxidable. Tiene las mismas ventajas de la digestión sólo con ácido nítrico
- La digestión con ácido nítrico- ácido clorhídrico es adecuada para muestras con materia orgánica fácilmente oxidable. Tiene las mismas ventajas de la digestión sólo con ácido nítrico
- La digestión con ácido nítrico-ácido sulfúrico es adecuada para muestras con materia orgánica de más difícil oxidación. Tiene la desventaja de incorporar un ácido poco volátil lo que puede producir interferencias en la cuantificación de los elementos en el plasma y obliga a la preparación de estándares con una matriz similar.
- La digestión con ácido nítrico- ácido perclórico y eventualmente ácido fluorhídrico necesaria para muestras con materia orgánica difícil de oxidar o con materiales con alto contenido de sílice. Adolece de las mismas desventajas de la digestión con ácido sulfúrico y también obliga a la preparación de estándares con una matriz similar.

Para el detalle de los procedimientos ver el **Anexo A**.



	ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)			Código : LRR-P-AS-01
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	Página : 9 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10

**COPIA CONTROLADA**

#### 6.4 Preparación de muestra de agua residual para metales totales, sin preconcentración

- Tomar una alícuota de 100 mL de muestra a analizar.
- Agregar 5 mL de ácido nítrico.
- Colocar dentro del vaso una bagueta de vidrio y tapar con un vidrio reloj.
- Calentar lentamente, sin ebullición, y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 a 20 mL), antes de que se produzca precipitación.
- Enfriar y cubrir con vidrio reloj.
- Continuar con el calentamiento y agregar porciones de ácido nítrico como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara levemente coloreada (nota: para aguas residuales con alta carga orgánica es adecuado adicionar 2 mL de peróxido de hidrógeno para finalizar la digestión). No dejar que la muestra se seque durante la digestión (no utilizar más de 50 mL de ácido).
- Lavar las paredes del vaso con pequeñas porciones de agua.
- Reducir el volumen a unos 10 mL por calentamiento.
- Filtrar y recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 100 mL.
- Lavar las paredes del vaso, añadiendo estos lavados al matraz.
- Enfriar, diluir hasta el aforo y homogeneizar.


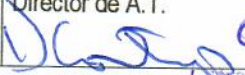
#### 6.5 Preparación de muestra de agua cruda para metales totales sin preconcentración.

- Tomar una alícuota de 100 mL de muestra a analizar.
- Agregar 5 mL de ácido nítrico.
- Colocar dentro del vaso una bagueta de vidrio y tapar con un vidrio reloj.
- Calentar lentamente sin ebullición y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 a 20 mL), antes de que se produzca precipitación.
- Enfriar y cubrir con vidrio reloj.
- Continuar con el calentamiento y agregar porciones de ácido nítrico como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara levemente coloreada. No dejar que la muestra se seque durante la digestión (no utilizar más de 40 mL de ácido).
- Lavar las paredes del vaso con pequeñas porciones de agua.
- Reducir el volumen a unos 10 mL, por calentamiento.
- Filtrar y recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 100 mL.
- Lavar las paredes del vaso añadiendo estos lavados al matraz.
- Enfriar, diluir hasta el aforo y homogeneizar.

#### 6.6 Preparación de muestra de agua residual para metales totales con preconcentración.

- Medir en un matraz de aforo de 500 mL la muestra a analizar y verter con cuidado en un vaso precipitado.
- Agregar 5 mL de ácido nítrico concentrado.
- Colocar dentro del vaso una bagueta de vidrio y tapar con un vidrio reloj.
- Calentar lentamente sin ebullición y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 a 20 mL), antes de que se produzca precipitación.
- Enfriar y cubrir con vidrio reloj.



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 10 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	

**COPIA CONTROLADA**

Laboratorio Recursos Renovables

- f. Agregar porciones de ácido nítrico y continuar con el calentamiento, como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara levemente coloreada. No dejar que la muestra se seque durante la digestión (no utilizar más de 40 mL de ácido).
- g. Lavar las paredes del vaso con pequeñas porciones de agua.
- h. Reducir el volumen a unos 10 mL, por calentamiento.
- i. Filtrar en papel filtro porosidad entre 5-10  $\mu\text{m}$ , recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 50 mL.
- j. Lavar las paredes del vaso, añadiendo estos lavados al matraz.
- k. Enfriar, diluir hasta el aforo y homogeneizar.


#### 6.7 Preparación de muestra de agua cruda para metales totales con preconcentración

- a. Medir en un matraz de aforo de 500 mL, de la muestra a analizar y verter con cuidado en un vaso precipitado.
- b. Agregar 5 mL de ácido nítrico concentrado.
- c. Colocar dentro del vaso una bagueta de vidrio y tapar con un vidrio reloj.
- d. Calentar lentamente sin ebullición y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 a 20 mL), antes de que se produzca precipitación.
- e. Enfriar y cubrir con vidrio reloj.
- f. Agregar porciones de ácido nítrico y continuar con el calentamiento, como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara levemente coloreada. No dejar que la muestra se seque durante la digestión (no utilizar más de 40 mL de ácido).
- g. Lavar las paredes del vaso con pequeñas porciones de agua.
- h. Reducir el volumen a unos 10 mL, por calentamiento.
- i. Filtrar en papel filtro porosidad entre 5-10  $\mu\text{m}$ , recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 50 mL.
- j. Lavar las paredes del vaso, añadiendo estos lavados al matraz.
- k. Enfriar, diluir hasta el aforo y homogeneizar.

#### 6.8 Preparación de muestras de agua residual sin preconcentración para análisis de estaño (Sn)

- a. Tomar una alícuota de 100 mL de muestras a analizar.
- b. Agregar 5 mL de ácido nítrico.
- c. Colocar bagueta de vidrio y tapar con vidrio reloj.
- d. Calentar lentamente sin ebullición y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 – 20 mL) antes de que se produzca precipitación.
- e. Enfriar a temperatura ambiente.
- f. Continuar con la adición de porciones de ácido nítrico y el calentamiento como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara, levemente coloreada.
- g. Lavar las paredes del vaso con pequeñas porciones de agua.
- h. Reducir el volumen a unos 10 mL, por calentamiento.
- i. Enfriar a temperatura ambiente
- j. Agregar 10 mL de ácido clorhídrico concentrado.
- k. Calentar y reducir volumen a temperatura mínima en la placa.
- l. Enfriar a temperatura ambiente
- m. Agregar 10 mL de ácido clorhídrico concentrado.



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 11 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	COPIA CONTROLADA Laboratorio Recursos Renovables

- n. Calentar con el vaso destapado y reducir volumen a temperatura mínima en la placa. Nota: si persisten vapores pardos (nitrosos) agregar porciones de agua para análisis de 10 mL y repetir el calentamiento a vaso descubierto hasta eliminar los vapores pardos.
- o. Enfriar la solución y filtrar en papel cualitativo Whatman N°2 o similar.
- p. Agregar 8 mL de ácido clorhídrico concentrado
- q. Llevar a volumen de aforo 100 mL con agua para análisis.
- r. Preparar un blanco de método, según los puntos anteriormente descritos.

**Nota 7:** Si la concentración del elemento de interés se encuentra sobre el intervalo de calibración, aplicar el siguiente procedimiento para efectuar la determinación: Preparar una dilución apropiada para realizar una lectura dentro del rango lineal y mantener la acidez de la muestra (para evitar precipitación). Las razones de dilución mayores a fd100 se preparan por dilución seriada.

**Nota 8:** Si es necesario, se pueden modificar las razones de concentración de las muestras, no se aconseja preparar muestras con razones de concentración mayores a fc20 y deben ser evaluadas las interferencias que se presenten (efecto de matriz).

**Nota 9** Si la complejidad de la matriz y las características del medio digestivo no dan por resultado una solución clara o permanece residuo sin atacar, evaluar la aplicación de otra digestión según anexo A. Documentar con el registro correspondiente cualquier modificación.

6.9 Para metales disueltos, la muestra debe ser filtrada en terreno por 0,45  $\mu\text{m}$  y acidificada con  $\text{HNO}_3$ , se procede a leer directamente en el ICP.

#### 6.10 Control de Calidad.

##### 6.10.1 Estándar control sin preconcentración (% recuperación).

- a. Tomar alícuota de 100 mL de agua para análisis en un vaso precipitado.
- b. Agregar parte alícuota (V) de la solución estándar para control (C) según analito, de acuerdo a Tabla 1.
- c. Continuar con la preparación según punto 6.5.b a 6.5.k

##### 6.10.2 Estándar control con preconcentración-fc 10 (% recuperación).

- a. Tomar alícuota de 500 mL de agua para análisis en un vaso precipitado.
- b. Agregar parte alícuota (V) de la solución estándar para control (C) según analito, de acuerdo a Tabla 1
- c. Continuar con la preparación según punto 6.7.b a 6.7.k

##### 6.10.3 Adición estándar a muestra de agua residual sin preconcentración.



- a. Seleccionar una muestra de agua residual al azar dentro del lote de muestras ingresadas.
- b. Tomar una alícuota de 100 mL de la muestra seleccionada para el control en un vaso precipitado.
- c. Agregar parte alícuota (V) de la solución estándar para control (C) según analito, de acuerdo a Tabla 1
- d. Continuar con la preparación según punto 6.4.b a 6.4.k

##### 6.10.4 Adición estándar a muestra de agua residual con preconcentración.

- a. Seleccionar una muestra de agua residual al azar dentro del lote de muestras ingresadas.

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 12 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio de Recursos Renovables

- b. Tomar una alícuota de 500 mL de la muestra seleccionada para el control, en un vaso precipitado.
- c. Agregar parte alícuota (V) de la solución estándar para control (C) según analito, de acuerdo a Tabla 1
- d. Continuar con la preparación según punto 6.6.b a 6.6.k

#### 6.10.5 Adición estándar a muestra de agua cruda sin preconcentración.

- a. Seleccionar una muestra de agua cruda al azar dentro del lote de muestras ingresadas.
- b. Tomar una alícuota de 100 mL de la muestra seleccionada para el control en un vaso precipitado.
- c. Agregar parte alícuota (V) de la solución estándar para control (C) según analito, de acuerdo a Tabla 2
- d. Continuar con la preparación según punto 6.5.b a 6.5.k

#### 6.10.6 Adición estándar a muestra de agua cruda con preconcentración.

- a. Seleccionar una muestra de agua cruda al azar dentro del lote de muestras ingresadas.
- b. Tomar una alícuota de 500 mL de la muestra seleccionada para el control en un vaso precipitado.
- c. Agregar parte alícuota (V) de la solución estándar para control © según analito, de acuerdo a Tabla 2
- d. Continuar con la preparación según punto 6.7.b a 6.7.k

**Nota 10:** la preparación del estándar control y adición estándar a muestra para **Al, B, Ba, Be, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Ni, Pb y Zn** se realiza en conjunto con **Mo, V, Ag y P**.

**Nota 11:** la preparación de estándar control para **Sn** se realiza en forma separada.


**Tabla 1:**

Analito	Factor de Concentración	C Soln. Control (mg/L)	V Soln. Control (mL)	Vol. aforo (mL)	Estándares para control * (mg/L)
Multielemento (Al, Ba, Be, Bi, B, Cd, Co, Cu, Cr, Fe, Li, Mn, Ni, Pb, Zn)	1	10	5	100	0,5
Multielemento (Ca, Mg, Na, K) **	1	10	5	100	0,5
Monoelemento (Ag, Mo, V)	1	10	5	100	0,5
Monoelemento P	1	32.61	5	100	1,63
Monoelemento Sn	1	10	5	100	0,5
Multielemento (Al, Ba, Be, Bi, B, Cd, Co, Cu, Cr, Fe, Li, Mn, Ni, Pb, Zn)	10	5	5	50	0,5
Monoelemento (Ag, Mo, V)	10	5	5	50	0.5
Monoelemento P	10	16.3	5	50	1.63
Monoelemento Sn	10	5	5	50	1

\* Soluciones para control de exactitud se utilizan para estándar control y adición estándar.

\*\* Para Na, K, Ca, Mg, sólo se realiza control de exactitud a través de estándar control, no se realiza adición estándar.




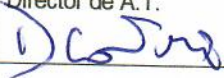
 <b>LRR</b> <small>LABORATORIO DE RECURSOS RENOVABLES</small>	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 13 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	

**COPIA CONTROLADA**  
 Laboratorio Recursos Renovables

### 6.11 Set de análisis para aguas residuales.



Aluminio	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,1mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Al -Adición de estándar 0,5 mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Al -Curva de calibración
Bario	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,01 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5 Adición de estándar 0,5 mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Ba -Curva de calibración
Berilio	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,01 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Be -Adición de estándar 0,5 mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Be -Curva de calibración
Bismuto	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Bi -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Bi -Curva de calibración
Boro	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L B -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L B -Curva de calibración



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 14 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

Cadmio	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		<div>COPIA CONTROLADA</div> <div>Laboratorio Recursos Renovables</div> $\leq 10 \%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Cd -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Cd -Curva de calibración
Calcio	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,2 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Ca -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Ca -Curva de calibración
Cobalto	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Co -Adición de estándar 0,5 mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Co -Curva de calibración
Cobre	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Cu -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Cu -Curva de calibración
Cromo	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Cr -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Cr -Curva de calibración



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 15 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	

COPIA CONTROLADA

Hierro	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Fe -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Fe -Curva de calibración
Litio	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,01 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Li -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Li -Curva de calibración
Magnesio	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,5 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Mg -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Mg -Curva de calibración
Manganeso	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Mn -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Mn -Curva de calibración
Molibdeno	NCh2313/25.Of97 , ICP	Agua residual	0,05 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Mo -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Mo -Curva de calibración



**ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)**Elaborado por :  
Químico AnalistaRevisado por :  
Químico analista  
Jefe de LaboratorioAprobado por :  
Director de A.T.

Código : LRR-P-AS-01

Página : 16 de 27

Fecha : 4.12.2019



Versión : 10

**COPIA CONTROLADA**  
Laboratorio Recursos Renovables

Níquel	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0,02 mg/L		$\leq 10\%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Ni -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Ni -Curva de calibración
Plata	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0,01 mg/L		$\leq 10\%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Ag -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Ag -Curva de calibración
Plomo	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0,05 mg/L		$\leq 10\%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Pb -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Pb -Curva de calibración
Potasio	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	5 mg/L		$\leq 10\%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L K -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L K -Curva de calibración
Sodio	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0.2 mg/L		$\leq 10\%$ $\geq 90\%$	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Na -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Na -Curva de calibración

**COPIA CONTROLADA**  
Laboratorio Recursos Renovables




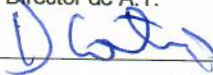
 <b>LRR</b> <small>LABORATORIO DE RECURSOS RENOVABLES</small>	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 17 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T.	

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables

Vanadio	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0,05 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L V -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L V, Sn -Curva de calibración
Zinc	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Zn, -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Zn, -Curva de calibración
Fósforo	NCh2313/25.Of97, ICP	Agua residual	0,1 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 1,63 mg/L para P -Adición de estándar 1,63 mg/L a muestra -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1,63 mg/L para P -Curva de calibración

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	Página : 18 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10

### 6.12 Set de análisis para aguas crudas


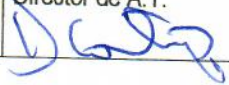
Aluminio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,1 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Al -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Al -Curva de calibración
Bario	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,01 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5 mg/L Ba -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Ba -Curva de calibración
Berilio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,01 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Be -Adición de estándar 0,5 mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Be -Curva de calibración
Boro	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L B -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L B -Curva de calibración
Cadmio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90%	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Cd -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Cd -Curva de calibración

**COPIA CONTROLADA**

**Laboratorio Recursos Renovables**

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



 <b>LRR</b> <small>LABORATORIO DE RECURSOS RENOVABLES</small>	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 19 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

Calcio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,2 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Ca -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Ca -Curva de calibración
Cobalto	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		≤ 10 %	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Co -Adición de estándar 0,5 mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Co -Curva de calibración
Cobre	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Cu -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Cu -Curva de calibración
Cromo	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Cr -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Cr -Curva de calibración
Hierro	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		≤ 10 % ≥ 90 %	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Fe -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Fe -Curva de calibración

**COPIA CONTROLADA**  
**Laboratorio Recursos Renovables**

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



**ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)**Elaborado por :  
Químico AnalistaRevisado por :  
Químico analista  
Jefe de LaboratorioAprobado por :  
Director de A.T.

Código : LRR-P-AS-01

Página : 20 de 27

Fecha : 4.12.2019

Versión : 10

Litio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,01 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Li -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Li -Curva de calibración
Magnesio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,5 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Mg -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1 mg/L Mg -Curva de calibración
Manganeso	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Mn -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Mn -Curva de calibración
Molibdeno	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,05 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Mo -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Mo -Curva de calibración
Níquel	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Ni -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Ni -Curva de calibración



**ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)**Elaborado por :  
Químico AnalistaRevisado por :  
Químico analista  
Jefe de LaboratorioAprobado por :  
Director de A.T.

Código : LRR-P-AS-01

Página : 21 de 27

Fecha : 4.12.2019

Versión : 10


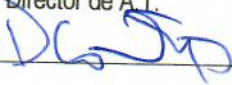
Plata	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,01 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Ag -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Ag -Curva de calibración
Plomo	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,05 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Pb -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Pb -Curva de calibración
Potasio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	5 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L K -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L K -Curva de calibración
Sodio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	1 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Na -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Na -Curva de calibración
Vanadio	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,05 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 80-120 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L V -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L V, Sn -Curva de calibración
Zinc	3120 B, Standard Methods, 23 ed	Agua cruda	0,02 mg/L		$\leq 10 \%$ $\geq 90 \%$	Estándar control: 90-110 %  Adición estándar: 80-120 %	-Blanco de método -Muestra en duplicado -Estándar control 0,5mg/L Zn -Adición de estándar 0,5mg/L a muestra en duplicado -Blanco de calibración -Verificación continua de la curva de calibración 1mg/L Zn, -Curva de calibración

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica

COPIA CONTROLADA

Laboratorio Recursos Renovables



	ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)			Código : LRR-P-AS-01
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	Página : 22 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10

### 6.13 Operación del equipo de espectrometría de emisión de plasma

- Seguir las instrucciones del fabricante para ajustar las condiciones óptimas de operación del equipo, según el instructivo LRR-I-AS-07 de encendido uso y apagado del ICP Perkin Elmer Optima 5300 DV.
- Las condiciones instrumentales para la determinación de cada elemento se indican en la tabla del **anexo B**
- Cargar el método a utilizar (ver tabla de archivos de método en el anexo B1)
- Realizar el alineamiento de la zona de observación de la antorcha (**Torch View Alignment**) según el procedimiento LRR-I-AS-08 (4.1.3)

**Nota 12:** La calibración y el alineamiento solo se usan para las lecturas del día. Se deberá realizar el alineamiento y leer la calibración para cada jornada de trabajo.

### 6.14 Lectura de las soluciones.

- Lavar la bomba peristáltica y nebulizador aspirando una solución de ácido nítrico al 2% en agua para análisis.
- Aspirar el blanco de calibración y leer.
- Aspirar una serie de estándares del (los) elemento(s) a determinar, que abarquen el rango de concentración de interés, y leer.
- Aspirar las soluciones estándares desde la más diluida a la más concentrada.
- Lavar el sistema de nebulización con solución de ácido nítrico al 2% y agua para análisis, mínimo 5 minutos.
- Aspirar la solución que se usa para controlar la curva de calibración.
- Realizar la lectura de la solución control de la curva de calibración.
- Aspirar el blanco de método y realizar la lectura.
- Aspirar las muestras o sus soluciones diluidas o concentradas, según sea el caso.
- Aspirar la(s) muestra(s) de control de exactitud (adición de estándar de concentración conocida) para la serie de muestras preparadas.
- Lavar el capilar con ácido nítrico al 2% v/v y agua para análisis, mínimo 5 minutos.


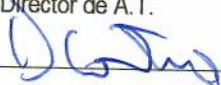
**Nota 13:** aspirar solución de ácido nítrico al 2% v/v y agua desionizada entre las muestras de alta concentración de analito y al finalizar la serie (especialmente cuando el contenido de sólidos sea muy alto, para evitar el depósito de sales en el nebulizador).

### 6.15 Expresión de resultados.

- Leer directamente en el instrumento la concentración de metal en mg/L, contra curva de calibración.
- Cuando corresponda, multiplicar el valor de lectura en mg/L por el factor de dilución o concentración de acuerdo a la preparación de la muestra.
- Realizar análisis espectral de los analitos de la muestra. Si se detecta que la longitud de onda máxima del analito en la muestra no coincide con la longitud de onda máxima del estándar y/o presencia de interferente, cuantificar por intensidad de peak tomando como referencia el estándar.

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	Página : 23 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10

## 6.16 Reportes.

### 6.16.1 Reproceso de datos

- 1 abrir el programa WinLab off line
- 2 cargar el método para los analitos correspondientes
- 3 abrir Examine
- 4 abrir el archivo de resultados con la opción Data
- 5 aplicar las acciones descritas en el punto 4.7 del procedimiento LRR-I-AS-07 para revisar y corregir si es necesario la posición de los peaks obtenidos.  
Realizar análisis espectral de los analitos de la muestra. Si se detecta que la longitud de onda máxima del analito en la muestra no coincide con la longitud de onda máxima del estándar y/o presencia de interferente, cuantificar por intensidad de peak tomando como referencia el estándar.
- 6 seleccionar el botón Reproc
- 7 cargar el archivo de resultados en la opción Data Set To Reprocess
- 8 crear un archivo de resultados reprocesados en la opción Reprocess data set
- 9 seleccionar dentro de la tabla todos los peak a reprocesar.
- 10 presionar el botón Reprocess

### 6.16.2 Exportación de resultados a planilla Excel

- 1 seleccionar File/Utilities/Data Manager en el menú principal del software (se abrirá la aplicación Data Manager)
  - 2 seleccionar el archivo reprocesado para exportar, desde la lista desplegada
  - 3 presionar Export
  - 4 seleccionar en la ventana 1 del cuadro de dialogo activo, el botón Browse
  - 5 seleccionar ReporteGeneral y Next
  - 6 seleccionar de la ventana 2 las muestras a exportar.
  - 7 seleccionar de la ventana 3 los analitos a exportar.
  - 8 en la ventana 4 asignar una nombre al archivo de salida
  - 9 presionar Next en las ventanas 5, 6 y 7
  - 8 en la ventana 8, seleccionar Export Data y luego Finish
- Nota el archivo generado tendrá un formato de extensión csv que debe ser cambiado y guardado con extensión xls en el programa Excel.


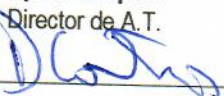
### 6.16.3 Tratamiento de datos y cálculo de resultados

El tratamiento de datos experimentales se realiza en planillas Excel. El cálculo de resultados es generado por el programa de Excel utilizando las expresiones matemáticas incluidas en éste.  
La evaluación de los resultados se realiza aplicando los criterios descritos en el procedimiento LRR-P-PA-09

## 7 Bibliografía.

1. Norma Chilena para análisis de aguas residuales, NCh2313/25.Of97.
2. Method 3030E y 3120B, Standard Methods for the examination of water and wastewater, 22<sup>th</sup> edition; para el análisis de aguas crudas.



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 24 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	<b>Elaborado por :</b> Químico Analista	<b>Revisado por :</b> Químico analista Jefe de Laboratorio	<b>Aprobado por :</b> Director de A.T. 	

## Anexo A.

### A1 Digestión con ácido nítrico.

1. Homogeneizar la muestra y colocar un volumen adecuado de ella en un vaso precipitado.
2. Agregar 5 mL de ácido nítrico concentrado y algunas piedras de ebullición o perlas de vidrio para controlar la ebullición asegurándose de que estas no aporten contaminación.
3. hervir lentamente y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 a 20 ml), antes de que se produzca precipitación.
4. continuar con el calentamiento y agregar tanto ácido nítrico como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara levemente coloreada. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.
5. Lavar las paredes del vaso o matraz con pequeñas porciones de agua y filtrar al verificar la existencia de material no disuelto.
6. Transferir el filtrado a un matraz volumétrico, con dos porciones de 5 mL de agua, añadiendo estos lavados al matraz.
7. Enfriar, diluir hasta el aforo y homogeneizar
8. Traspasar la solución a frascos plásticos con tapa.

### A2 Digestión con ácido nítrico y peróxido de hidrogeno.

1. Homogeneizar la muestra y colocar un volumen adecuado de ella en un vaso precipitado.
2. Agregar 5 mL de ácido nítrico concentrado y algunas piedras de ebullición o perlas de vidrio para controlar la ebullición asegurándose de que estas no aporten contaminación.
3. calentar lentamente y evaporar en plancha calefactora al mínimo volumen posible (alrededor de 15 a 20 ml), antes de que se produzca precipitación.
4. continuar con el calentamiento y agregar tanto ácido nítrico como sea necesario, hasta que se complete la digestión obteniendo una solución clara levemente coloreada. No dejar que la muestra se seque durante la digestión.
5. Luego de completar la digestión con ácido nítrico, enfriar.
6. Adicionar 2 mL de peróxido de hidrogeno.
7. Calentar durante unos 5 a 10 minutos.
8. Enfriar el vaso a temperatura ambiente.
9. Lavar las paredes del vaso o matraz con pequeñas porciones de agua y filtrar al verificar la existencia de material no disuelto.
10. Transferir el filtrado a un matraz volumétrico, con dos porciones de 5 mL de agua, añadiendo estos lavados al matraz.
11. Enfriar, diluir hasta el aforo y homogeneizar
12. Traspasar la solución a frascos plásticos con tapa.


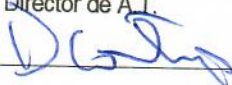
**COPIA CONTROLADA**  
Laboratorio Recursos Renovables

### A3 Digestión con ácido nítrico- ácido clorhídrico.

1. Homogeneizar la muestra y colocar un volumen adecuado de ella en un vaso precipitado.
2. Añadir 3 mL de ácido nítrico concentrado y colocar el vaso en una plancha calefactora.
3. Evaporar cuidadosamente a un volumen menor a 5 mL no dejando que la muestra hierva y que el fondo del vaso comience a secarse. Enfriar y añadir 5 mL de ácido nítrico concentrado

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 25 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

4. Cubrir con un vidrio reloj y volver a calentar en plancha calefactora. Aumentar la temperatura de la plancha para que la muestra refluya.
5. Continuar calentando y añadiendo volúmenes adecuados de ácido nítrico, como sea necesario hasta que la digestión sea completa, de tal forma que quede una polución clara que no haya sufrido cambios de apariencia durante el reflujo.
6. Evaporar hasta un volumen menor a 5 mL y enfriar.
7. Añadir 10 mL de solución de ácido clorhídrico HCl 1+1 y 15 mL de agua para un volumen final de 100 mL.
8. Calentar 15 minutos para disolver algún precipitado o residuo.
9. Enfriar y lavar con agua el fondo y las paredes del vaso y vidrio reloj. Filtrar para remover el material insoluble que pudiera tapar el nebulizador. Alternativamente centrifugar o dejar sedimentar durante toda la noche.
10. Aforar a un volumen adecuado con el rango de concentración esperada para el metal.

#### A4 Digestión con ácido nítrico-peróxido de hidrogeno-ácido clorhídrico (para Sn).

1. Homogeneizar la muestra y colocar un volumen del 100 mL de ella en un vaso precipitado.
2. Añadir 3 mL de ácido nítrico concentrado y colocar el vaso en una plancha calefactora.
3. Cubrir con un vidrio reloj, y colocar una bagueta de vidrio.
4. Evaporar cuidadosamente a un volumen de 5-10 mL, no permitiendo que la muestra hierva, que aparezcan sales o que el contenido del vaso se seque.
5. Enfriar y añadir 5 mL de ácido nítrico concentrado
6. Cubrir con un vidrio reloj y volver a calentar en plancha calefactora. Aumentar la temperatura de la plancha para que la muestra refluya.
7. Continuar calentando y añadiendo volúmenes adecuados de ácido nítrico, como sea necesario hasta que la digestión sea completa, de tal forma que quede una solución clara que no haya sufrido cambios de apariencia durante el reflujo.
8. Evaporar hasta un volumen de 5-10 mL y enfriar.
9. Agregar 2 mL de peróxido de hidrogeno p.a.
10. Volver a calentar en la placa calefactora unos 10 a 15 minutos.
11. Enfriar la solución.
12. Añadir 10 mL de solución de ácido clorhídrico concentrado.
13. Volver a calentar en placa calefactora.
14. Evaporar la solución hasta volumen mínimo.
15. Enfriar la solución.


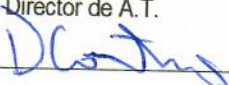
COPIA CONTROLADA  
 Laboratorio Recursos Renovables

#### A5 Digestión con ácido nítrico- ácido sulfúrico.

1. Homogeneizar la muestra y colocar un volumen adecuado de ella en un vaso precipitado.
2. Acidificar hasta viraje del anaranjado de metilo con ácido sulfúrico concentrado y añadir 5 mL de ácido nítrico concentrado y algunas piedras de ebullición o perlas de vidrio para control de la ebullición asegurándose que estas no aporten contaminación.
3. Llevar a ebullición lenta en plancha calefactora y evaporar hasta un volumen de 15 a 20 mL.
4. Añadir 5 mL de ácido nítrico concentrado y 10 mL de ácido sulfúrico concentrado.
5. Evaporar sobre plancha calefactora hasta la aparición de humos densos y blancos de trióxido de azufre SO<sub>3</sub>.
6. Remover por calentamiento todo exceso de ácido nítrico lo cual se logra cuando la solución es clara y no existan evidencias de humo café. No permitir que la muestra se seque durante la digestión.

Prohibida su reproducción sin la aprobación del Director de Asistencia Técnica



	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 26 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10	
<b>Elaborado por :</b> Químico Analista	<b>Revisado por :</b> Químico analista Jefe de Laboratorio	<b>Aprobado por :</b> Director de A.T. 			


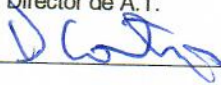
7. Enfriar y diluir hasta aproximadamente 50 mL con agua.
8. Calentar hasta ebullición para disolver las sales solubles.
9. Lavar las paredes del matraz o vaso con agua y filtrar si es necesario.
10. Transferir el filtrado a un matraz volumétrico de 100 mL con dos porciones de 5 mL de agua añadiendo estos lavados al matraz.
11. Enfriar, aforar, y homogeneizar.
12. Para la determinación de plomo en presencia de grandes cantidades de sulfato, disolver el precipitado de sulfato de plomo de la siguiente forma:
  - a. Añadir 50 mL de solución de acetato de amonio al matraz o vaso en el cual la digestión fue llevada a cabo y calentar hasta ebullición incipiente.
  - b. Rotar el matraz o vaso ocasionalmente para humedecer todas las superficies interiores y disolver cualquier residuo depositado.
  - c. Filtrar y transferir el filtrado a un matraz volumétrico de 100 mL, enfriar y aforar.
  - d. Homogeneizar y dejar aparte para determinación de plomo.

COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables

#### A6 Digestión con ácido nítrico- ácido perclórico.

1. Precaución  
La mezcla caliente de ácido perclórico con materia orgánica puede explotar violentamente. Evitar este riesgo tomando las siguientes precauciones:
  - a. No agregar ácido perclórico a una solución caliente que pueda contener material orgánico.
  - b. Iniciar siempre la digestión de la muestra que contenga materia orgánica con ácido nítrico y completarla con mezcla de ácido nítrico- ácido perclórico.
  - c. No eliminar vapores de ácido perclórico en campanas comunes, utilizar campanas especialmente construidas para este fin.
  - d. **Nunca dejar evaporar a sequedad** las muestras que se estén digiriendo **con ácido perclórico**, ya que **pueden formar cloratos altamente explosivos**.
2. Homogeneizar la muestra y colocar un volumen adecuado de ella en un vaso precipitado.
3. Acidificar con ácido nítrico concentrado en presencia de anaranjado de metilo hasta viraje del indicador, añadir 5 mL adicionales de ácido nítrico concentrado y algunas piedras de ebullición o perlas de vidrio para control de la ebullición asegurándose que estas no aporten contaminación.
4. Evaporar sobre plancha calefactora hasta un volumen de 15 a 20 mL.
5. Añadir 10 mL de ácido nítrico concentrado, enfriar el matraz o vaso y añadir 10 mL de ácido perclórico concentrado.
6. Evaporar suavemente sobre plancha calefactora justo hasta la aparición de humos densos y blancos de ácido perclórico.
7. Si la solución no está clara, tapar el contenedor con un vidrio reloj y mantener la solución a ebullición hasta que se aclare.
8. Si es necesario agregar 10 mL de ácido nítrico concentrado para completar la digestión.
9. Enfriar y diluir hasta aproximadamente 50 mL de agua. Hervir para expulsar el cloro y óxidos de nitrógeno.
10. Lavar las paredes del matraz o vaso con agua y filtrar si es necesario.
11. Transferir el filtrado a un matraz volumétrico de 100 mL con dos porciones de 5 mL de agua, añadiendo estos lavados al matraz.



 <b>LRR</b> <small>LABORATORIO DE RECURSOS RENOVABLES</small>	<b>ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)</b>			Código : LRR-P-AS-01 Página : 27 de 27 Fecha : 4.12.2019 Versión : 10
	Elaborado por : Químico Analista	Revisado por : Químico analista Jefe de Laboratorio	Aprobado por : Director de A.T. 	

COPIA CONTROLADA

Anexo B. Aplicaciones de métodos.

Laboratorio Recursos Renovables

Nombre	Analito-λ	LD	Axial/Radial	Condiciones	Rango trabajo
Multielem-2016	Al 396.153	0.25	Axial	Power : 1300 watt Gas Plasma : 15 L/min Gas Nebulizador : 0.85 L/min Gas Auxiliar : 0.2 L/min Altura observación : 15 mm	0,02 a 2 mg/L
	B 249.677	0.02	Axial		
	Cd 228.802	0.02	Axial		
	Co 228.616	0.02	Axial		
	Cr 267.716	0.02	Axial		
	Cu 324.752	0.02	Axial		
	Fe 238.204	0.02	Axial		
	Mn 257.610	0.01	Radial		
	Ni 231.604	0.02	Axial		
	Pb 220.353	0.05	Axial		
	Zn 213.857	0.02	Axial		
	Ba 455.403	0.01	Radial		
	Be 313.107	0.01	Radial		
	Li 670.784	0.01	Radial		
	K 766.490		Axial		
	Mg 285.213		Axial		
	Ca 422.673		Axial		
	Na 589.592		Axial		
Mo-2016	Mo 202.031	0.05 mg/L	Axial	Power : 1300 watt Gas Plasma : 15 L/min Gas Nebulizador : 0.85 L/min Gas Auxiliar : 0.2 L/min Altura observación : 15 mm	0,05 a 2 mg/L
P-2016	P 213.617	0.1 mg/L	Radial	Power : 1300 watt Gas Plasma : 15 L/min Gas Nebulizador : 0.8 L/min Gas Auxiliar : 0.2 L/min Altura observación : 15 mm	0,32 a 6,52 mg/L
Sn-2016	Sn 283.998	0.2 mg/L	Axial	Power : 1300 watt Gas Plasma : 15 L/min Gas Nebulizador : 0.8 L/min Gas Auxiliar : 0.2 L/min Altura observación : 15 mm	0,2 a 2,0 mg/L
V-2016	V 290.880	0.05 mg/L	Radial	Power : 1300 watt Gas Plasma : 15 L/min Gas Nebulizador : 0.8 L/min Gas Auxiliar : 0.2 L/min Altura observación : 15 mm	0.05 a 2.0 mg/L
Ag-2016	Ag 338.289	0.01 mg/L	Axial	Power : 1300 watt Gas Plasma : 15 L/min Gas Nebulizador : 0.8 L/min Gas Auxiliar : 0.2 L/min Altura observación : 15 mm	0.05 a 2.0 mg/L



## IDENTIFICACIÓN DEL DOCUMENTO

## TÍTULO:

ANÁLISIS DE METALES TOTALES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN DE PLASMA CON ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP)

Código: LRR-P-AS-01

## VERSIÓN: 9

Nº DE PAGINAS: 27

NOMBRE APROBADOR: DAVID CONTRERAS P.

FECHA DOCUMENTO: 11.07.2018

## MODIFICACIONES

En punto 4 se agrega, formularios respectivos según planilla control de registros.

En punto 6.11y 6.12 se actualiza tabla según procedimiento de validez de los resultados, para aquellos parámetros que la adición de estándar a muestra debe ser realizada en duplicado y se actualiza versión Standard Methods a 23 ed.

En 6.15 y 6.16.1 se agrega:

Realizar análisis espectral de los analitos de la muestra. Si se detecta que la longitud de onda máxima del analito en la muestra no coincide con la longitud de onda máxima del estándar y/o presencia de interferente, cuantificar por intensidad de peak tomando como referencia el estándar.

Fecha Modificación: 4.12.2019

Firma:



COPIA CONTROLADA  
Laboratorio Recursos Renovables