



## 1. Objetivo

Establecer la metodología para la determinación de mercurio total en sedimentos con el fin de generar resultados confiables de acuerdo con las condiciones del laboratorio de calidad ambiental del IDEAM.

## 2. Alcance

El alcance del presente instructivo abarca desde la recepción de la muestra en las instalaciones físicas del Laboratorio de Calidad Ambiental, incluye la digestión de la muestra, preparación de soluciones estándar, soluciones de control de calidad, lectura en el equipo, descarte de residuos, hasta el paso de digitación de los datos en las respectivas plataformas y/o cartas de control.

Este método es aplicable en sedimentos en la determinación de mercurio; el rango de aplicación es:

Tabla 1. Intervalo de trabajo

<b>Analito</b>	<b>Intervalo de trabajo</b>	
<b>Mercurio</b>	0,5 mg/kg	100 mg/kg

Fuente: Propia

## 3. Definiciones


- **Blanco de Reactivos o Blanco de Método (MB):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Blanco Fortificado de Laboratorio (LFB):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.



**Servicios del Laboratorio de Calidad**  
Instructivo para determinación de mercurio total en  
sedimentos

**Código:** SLC-I085  
**Versión:** 04  
**Fecha:** 16/04/2026


- **Calibración:** operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medición, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medición a partir de una indicación.
- **Carta de control:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Control de calidad analítica:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Duplicado de matriz fortificada por laboratorio (LFMD):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Duplicado de muestra:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Estándar de calibración:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Exactitud:** Ver definición en instructivo SLC-I038 Instructivo de verificación o validación de métodos analíticos.
- **Intervalo de Aplicación del Método:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Límite de Detección del Método (LDM):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Límite de Cuantificación (LCM):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Lote:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

- **Matriz Fortificada de Laboratorio (LFM):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Muestra (M):** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- **Porcentaje de diferencia relativa (RPD):** nos indica en qué porcentaje varía una cantidad respecto de otra.
- **Precisión:** Ver definición en instructivo SLC-I038 Instructivo de verificación o validación de métodos analíticos.
- **Recuperación (REC):** Ver definición en instructivo SLC-I038 Instructivo de verificación o validación de métodos analíticos.
- **Verificación de la calibración:** Ver definición en instructivo SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.

#### 4. Siglas

- **ICP:** Plasma acoplado inductivamente
- **CCV:** Verificación continua de la calibración.
- **ICV:** Verificación inicial de la calibración.
- **LCM:** Límite de Cuantificación.
- **LDM:** Límite de Detección del Método.
- **LDI:** Límite de detección instrumental.
- **LFB:** Blanco fortificado en laboratorio.
- **LFM:** Matriz fortificada en laboratorio.
- **LFMD:** Duplicado de la matriz fortificada en laboratorio.
- **MB:** Blanco del método.
- **RPD:** Porcentaje de diferencia relativa.
- **REC:** Porcentaje de recuperación.
- **SM:** Standard Methods

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

## 5. Documentos relacionados en el SGI

- SLC-I014 Instructivo Manejo del equipo ICP-OES Thermo Scientific iCAP 7600
- SLC-I038 instructivo de confirmación o validación de métodos analíticos.
- SLC-I042 Instructivo Manejo del equipo de digestión DIGIPREP – SCP SCIENCE
- SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.
- SLC-F007 Control diario del manejo de equipos.
- SLC-F021 Condiciones ambientales.
- SLC-F023 Control de gases.
- SLC-F064 Control de preparación de soluciones.

## 6. Desarrollo de la actividad

### 6.1. Aspectos de salud y seguridad laboral

Antes de iniciar el análisis, revisar el SGI-M005 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo y las hojas de seguridad de los reactivos.


Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo con el documento disposición de muestras y residuos de análisis.

### 6.2. Equipos, reactivos y materiales

#### 6.2.1. Equipos

- Thermo iCAP 7600
- Automuestreador ASX-560
- Chiller
- Extractor

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

- Digiprep Science - SCP

### 6.2.2. Reactivos

- Agua tipo I
- Ácido nítrico 60 %
- Ácido clorhídrico 30 %
- Estándares de mercurio de 1000 mg/L trazable al NIST.
- Argón grado 5.0
- Nitrógeno grado 5.0

### 6.2.3. Materiales

- Matraces volumétricos de 1000 mL y 100 mL Clase A.
- Pipetas aforadas de 0,5 mL, 1mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, 10 mL, y 20 mL Clase A
- Pipeteador
- Vasos de precipitados de 50 mL y 100 mL
- Transferpipeta de 100 a 1000 µL.
- Frasco lavador.
- Filtros Whatman 595
- Frascos de digestión con tapas y condensadores.

#### 6.2.3.1. Preparación de soluciones

Registrar las soluciones preparadas en el formato SLC-F064 Preparación de soluciones y rotular cada recipiente de con el formato etiqueta SLC-F014.



Tabla 2. Preparación soluciones blanco o diluyentes.

<b>SOLUCIÓN</b>	<b>REACTIVO-DISOLVENTE</b>	<b>VOLUMEN ALICUOTA (ml)</b>	<b>VOLUMEN FINAL (ml)</b>
Solución HNO <sub>3</sub> (1+1)	Agua Tipo I	100	200
	HNO <sub>3</sub> concentrado (60%)	100	
Solución HCl (1+1)	Agua Tipo I	300	600
	HCl concentrado (30%)	300	
Solución HCl (1+4)	Agua tipo I	800	1000
	HCl concentrado (30%)	200	
Solución HCl 1N	Agua tipo I	894	1000
	HCl concentrado (30%)	106	
Solución ácida (HNO <sub>3</sub> +HCl) y/o Blanco de enjuague	HNO <sub>3</sub> (1+1)	40	2000
	HCl (1+1)	200	
	Agua Tipo I	1760	
Blanco de calibración	HNO <sub>3</sub> (1+1)	2	100
	HCl (1+1)	10	
	Agua Tipo I	88	
Blanco método (MB)	Agua Tipo I sometida al mismo proceso de digestión		

Fuente: Propia

Tabla 3. Preparación soluciones intermedias de mercurio

<b>SOLUCIONES INTERMEDIAS</b>	<b>REACTIVO-DISOLVENTE</b>	<b>VOLUMEN ALICUOTA (ml)</b>	<b>VOLUMEN FINAL (ml)</b>
100 mg/L Hg	Hg de 1000mg/L	10	100
	Solución ácida (HNO <sub>3</sub> +HCl)	90	
5 mg/L Hg	Hg de 1000mg/L	1	200
	Solución ácida (HNO <sub>3</sub> +HCl)	199	
1 mg/L Hg	5 mg/L Solución Mercurio	20	100
	Solución ácida (HNO <sub>3</sub> +HCl)	80	
0,5 mg/L Hg	5 mg/L Mercurio	10	100
	Solución ácida (HNO <sub>3</sub> +HCl)	90	

Fuente: Propia

Tabla 4. Preparación curva de calibración de mercurio

<b>Punto de curva</b>	<b>Analito</b>	<b>Solución intermedia (mg/L)</b>	<b>Volumen alícuota (mL)</b>	<b>Volumen final (mL)</b>	<b>Concentración de la solución (mg/L)</b>
1	Mercurio	0,5	1,0	100	0,005
2		1,0	2,5		0,025
3		5,0	2,0		0,100
4		5,0	10,0		0,500
5		5,0	20,0		1,000

Fuente: Propia



Tabla 5 Preparación LFB de mercurio

<b>Analito</b>	<b>Solución intermedia (mg/L)</b>	<b>Volumen alícuota (mL)</b>	<b>Volumen final (mL)</b>	<b>Concentración (mg/L)</b>
Mercurio	100	0,5	100	0,5

Fuente: Propia

Tabla 6 Preparación ICV de mercurio

<b>Analito</b>	<b>Solución intermedia (mg/L)</b>	<b>Volumen alícuota (mL)</b>	<b>Volumen final (mL)</b>	<b>Concentración de la solución (mg/L)</b>
Mercurio	5	2,5	25	0,5

Fuente: Propia

Tabla 7 Preparación LFM mercurio

<b>Metales</b>	<b>Solución intermedia (mg/L)</b>	<b>Volumen alícuota (mL)</b>	<b>Volumen final (mL)</b>	<b>Concentración de la adición (mg/L)</b>
Mercurio	100	0,5	100	0,5

Fuente: Propia

Tabla 8 Preparación LCM de mercurio

<b>Analito</b>	<b>Solución intermedia (mg/L)</b>	<b>Volumen alícuota (mL)</b>	<b>Volumen final (mL)</b>	<b>Concentración (mg/L)</b>
Mercurio	1	0,5	100	0.005


Fuente: Propia

### 6.3. Limitaciones e interferencias

- Las interferencias se clasifican en:

**Interferencias espectrales:** la emisión de luz de fuentes espectrales diferentes al analito de interés pueden contribuir a la intensidad de la señal. Dichas fuentes incluyen solapamiento directo, ensanchamiento de líneas espectrales intensas, emisión continua por recombinación de iones y átomos, bandas de emisión molecular y luz dispersa por emisión de elementos en altas concentraciones.

**Interferencias no espectrales:** Las interferencias físicas son efectos asociados con la nebulización de la muestra y los procesos de transporte. Los cambios en las propiedades físicas de las muestras, como la viscosidad y la tensión superficial, pueden causar un error significativo. Esto suele ocurrir cuando se analizan muestras que contienen más del 10% (en volumen) de ácido o más de 1500 mg de sólidos disueltos / L usando estándares de calibración que contienen ácido al 5%. Las interferencias químicas son causadas por la formación de compuestos moleculares, efectos de ionización y efectos termoquímicos asociados con la vaporización y atomización de la muestra en el plasma. Normalmente, estos efectos no son pronunciados y pueden minimizarse mediante una selección cuidadosa de las condiciones operativas (potencia

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

incidente, posición de observación del plasma, etc.). Las interferencias químicas dependen en gran medida de la matriz de la muestra y el elemento de interés.

#### **6.4. Control y aseguramiento metrológico o de la calidad**

**Nota:** Ver Tabla 1 del instructivo SLC-I041 Instalaciones y condiciones ambientales. Registrar temperatura y humedad en el formato SLC-F021 Condiciones ambientales.

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para esto es importante tener en cuenta:

Los resultados de los controles se deben reportar en los formatos digitales:

Tomar las acciones respectivas de acuerdo con lo definido en el SLC-I051 Instructivo de aseguramiento de calidad analítica.


Cada vez que el equipo se utilice se debe registrar el tiempo de uso, para que se usa y la firma del usuario. En el formato SLC-F007 Control diario del manejo de equipos.

Los resultados deben ser reportados en el formato SLC-F054 Captura de datos primarios, y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.

#### **6.5. Desarrollo**

##### **6.5.1. Principio del método.**

El corazón de un espectrómetro de emisión ICP es el plasma, un "gas" extremadamente caliente con una temperatura de varios miles de Kelvin. Está tan caliente que principalmente se tienen iones y átomos en la muestra a ser analizada. La alta temperatura del plasma destruye la muestra completamente, así el resultado no es influenciado por la naturaleza del enlace químico del

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

elemento a ser analizado. En el plasma los iones y átomos son excitados hasta emitir radiación electromagnética. La luz emitida es resuelta espectralmente con la ayuda de elementos de difracción ópticos, y la cantidad de luz emitida es medida con un detector. Las longitudes de onda son usadas para identificar el/los elemento/s mientras que la intensidad está relacionada con la concentración. Dado que los elementos emiten luz de manera simultánea también pueden ser determinados simultáneamente y por lo tanto los tiempos de análisis son cortos.(Nölte, 2021)

#### **6.5.2. Toma y preservación de muestras**

Ver instructivo SLC-I004 Toma y preservación de muestras sedimentos y agua superficial.

#### **6.5.3. Limpieza de vidriería y material de campo**

Ver instructivo SLC-I015 Lavado de material de vidrio y plástico. Usar material al cual se le haya hecho control de calidad del lavado de acuerdo con el instructivo SLC-I001 Control de calidad del lavado de material.

#### **6.5.4. Manejo del equipo**


Ver instructivo SLC-I014 Manejo del equipo icap 7600 thermo *scientific*.

#### **6.5.5. Ejecución de la técnica**

##### **Preparación de las muestras**

Ver instructivo SLC-I077 Preparación suelos y sedimentos para análisis.

##### **Digestión de las muestras**

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

- Pesar 1,0 ±0,01 g de la muestra en los frascos de digestión DigiPrep para realizar la extracción y registrar el dato en el formato SLC-F022 control de digestiones.
- Adicionar 4 mL de ácido nítrico (1+1) y 10 mL de ácido clorhídrico (1+4) al recipiente de digestión que contiene la muestra.
- Poner el recipiente en el equipo de digestión DigiPrep para evaporar la solución. Cubrir el recipiente de digestión con el condensador.
- Seleccionar el método de sedimentos totales en el equipo de digestión DigiPrep.
- Caliente la muestra a reflujo suave durante 30 minutos a 95°C y dejar enfriar.
- Filtrar con filtro Whatman 595.
- Transferir cuantitativamente a un balón aforado de 100 mL y llevar a volumen con el blanco de enjuague.
- Trasladar las muestras al área de lectura. Si no se va a realizar la lectura inmediatamente se deben guardar en el cuarto frío.
- Devolver las muestras solicitadas para su almacenamiento.

### **Acondicionamiento del equipo e inicio del software**

Ver instructivo SLC-I014 Manejo del equipo icap 7600 thermo scientific.

### **Lectura de las muestras**

Para la programación de la sample list el orden de lectura será: blanco de calibración, curva de calibración, ICV, blanco, LCM, LFB, muestras, muestras fortificadas y duplicado de la muestra fortificada. La longitud de onda para la lectura es:



Tabla 9. Longitud de onda de análisis

<b>Metal</b>	<b>Longitud de onda (nm)</b>	<b>Modo de medición</b>
Mercurio	194.227	Axial


Fuente: Propia

Los criterios de los controles durante la lectura son los siguientes:

Tabla 10 Criterios de aceptación

<b>CONTROL</b>	<b>CRITERIOS DE ACEPTACIÓN</b>
Blanco	Calificar sí está por encima del LCM
LFB (Blanco fortificado)	De acuerdo con los límites de las cartas de control
LCM	20% Error relativo
ICV	De acuerdo con los límites de las cartas de control
CCV	De acuerdo con los límites de las cartas de control
LFM (Matriz fortificada)	Recuperación = 70 - 130 %
LFMD (Duplicado matriz fortificada)	Recuperación = 70 - 130 % Diferencia porcentual relativa (RPD)= $\leq 20\%$

Fuente: Propia

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	--	---

Una vez terminado el análisis, apagar el equipo de acuerdo con el instructivo SLC-I014, imprimir los resultados en el formato de captura de datos SLC-F054 Formato de captura de datos primarios.

Registrar los valores de los controles analíticos en las respectivas cartas de control, registrar los resultados en la plataforma Aquarius Samples y diligenciar el formato SLC-F002 Recepción de muestras y control de análisis.

Disponer los residuos de acuerdo con el instructivo SLC-I075 Disposición final residuos laboratorio, solicitar el lavado del material de acuerdo con el formato SLC-F003 Formato solicitud lavado de material.

Una vez sean completados los registros se disponen los formatos digitales y físicos son revisados por el Líder Técnico.


#### 6.5.6. Cálculos y resultados

El resultado es calculado y reportado por el equipo. La concentración es calculada usando la siguiente ecuación:

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

#### 6.6. Documentos relacionados

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 3120B. 24th ed., New York, 2023.
- US EPA 200.7. Determination of metals and trace elements in water and wastes by Inductively Coupled Plasma- Atomic Emission Spectrometry.

	<b>Servicios del Laboratorio de Calidad</b> Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos	<b>Código:</b> SLC-I085 <b>Versión:</b> 04 <b>Fecha:</b> 16/04/2026
---	---	---

## 7. Control de cambios

Versión	Fecha	Descripción
01	23/09/2019	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Sor Liliana Caicedo González.
02	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.
03	04/07/2025	Se actualiza el Formato de acuerdo con el memorando enviado por la OAP memorando 20251100097283 lineamientos para la actualización documental en el marco de la implementación del aplicativo suite visión. El código pasa de M-S-LC-I085 a SLC-I085.
04	16/04/2026	Actualización a la nueva plantilla de acuerdo con los lineamientos de la OAP. Se modifica el nombre a Instructivo para determinación de mercurio total en sedimentos.