

Guía operacional del analizador directo de mercurio Milestone DMA-80

Procedimiento Operativo Estándar

Contenido

1.	Resumen del procedimiento	3
2.	Introducción	3
2.1.	Lectura obligatoria previa al trabajo con el DMA-80	3
2.2.	Información general del equipo DMA	3
2.2.1	Principio operacional del método de análisis	3
2.2.2	Partes del DMA-80	4
2.2.3	Iconografía del programa EasyCONTROL	6
2.3.	Control de calidad/Aseguramiento de calidad analítica	7
2.3.1.	Blancos	8
2.3.2.	Material de referencia certificado	8
2.3.3.	Estándar líquido	8
2.3.4.	Reproducibilidad	9
2.	Equipos, materiales y reactivos	9
3.1.	Equipos	9
3.2.	Materiales	9
3.3.	Reactivos	9
4.	Procedimiento operativo para el análisis de mercurio	11
4.1	Flujograma	11
4.2	Acondicionamiento del ambiente de trabajo	12
4.1.1.	Drenaje y encendido del compresor de aire	12
4.1.2.	Limpieza del equipo DMA-80 previo al análisis	13
4.1.3.	Limpieza de botes para muestras	14
4.2	Encendido e iniciación del equipo DMA-80	17
4.3	Control de blancos	19
4.4	Pesaje de muestras	22
4.2	Análisis de muestras para mercurio total	25
5.	Bibliografía	35

1. Resumen del procedimiento

Esta guía resume el protocolo de trabajo del Laboratorio de Mercurio y Química Ambiental – LAMQA del Centro de Innovación Científica Amazónica (CIN CIA) y el Instituto de Investigaciones de la Amazonía Peruana (IIAP) para analizar la concentración de mercurio total en muestras ambientales utilizando un analizador de mercurio DMA-80. La primera parte ofrece una introducción a la técnica analítica y al equipo, mientras que la segunda parte está enfocada en el flujo del proceso del análisis, recalcando consideraciones a tomar en cuenta en cada paso.

2. Introducción

En el Laboratorio de Mercurio y Química Ambiental (LAMQA) se desarrollan análisis y experimentos a través del cumplimiento riguroso de métodos y protocolos que permiten brindar resultados confiables. El principal análisis que se realiza en LAMQA es el análisis de la concentración de mercurio total en muestras ambientales (suelos, sedimentos, aguas, vegetación, etc.) y biológicas (tejido animal, cabello humano, etc.). Dichos análisis se realizan mediante un Analizador Directo de Mercurio (DMA-80), *Milestone*, Italia, un equipo de fácil manipulación, que no requiere de una digestión ácida previa de la muestra y que brinda resultados de forma eficiente y rápida.

2.1. Lectura obligatoria previa al trabajo con el DMA-80

Con el fin de asegurar el correcto funcionamiento de los equipos de LAMQA, así como correcta aplicación de las medidas de seguridad para trabajar en el laboratorio, todo personal que ingresa a LAMQA deberá leer previo al trabajo con el DMA-80 este protocolo y el protocolo de seguridad de LAMQA. Además, se deberá leer el protocolo correspondiente al tipo de muestra a analizar (id est. tejido de peces, suelos y sedimentos, plantas, pelaje o plumas, etc.).

Todos los protocolos se encuentran publicados en el sitio web del Centro de Innovación Científica Amazónica – CIN CIA, o pueden ser solicitados al encargado del laboratorio.

2.2. Información general del equipo DMA

2.2.1 Principio operacional del método de análisis

El Analizador Directo de Mercurio (DMA-80), *Milestone* permite determinar la concentración total de mercurio en muestras sólidas, líquidas y gaseosas mediante la técnica de descomposición térmica seguida de amalgamación con oro y detección por absorción atómica (Figura 1) sin necesidad de un pretratamiento químico de la muestra para reducir el mercurio o destruir la matriz.

El proceso inicia pesando la muestra en un bote para muestra (níquel o cuarzo) que es colocado en el plato de muestra e introducido mecánicamente en un tubo de catálisis donde ocurren dos procesos: 1) secado 2) descomposición térmica en un ambiente aeróbico. Durante el proceso de descomposición, el vapor de mercurio es liberado y transportado, por oxígeno o aire comprimido, al amalgamador donde el mercurio es atrapado. Después que la muestra ha sido totalmente descompuesta, el mercurio es desorbido del amalgamador a través del calentamiento del mismo. Posteriormente el mercurio pasa a través de dos células de absorbancia con diferente tamaño de camino óptico. La cantidad es determinada por espectrometría de absorción atómica usando una lámpara de mercurio 254 nm (Figura 1).

Los valores para los rangos de trabajo de las dos celdas de medición son: 0-20 ng Hg (célula 1) y 20-1000 ng Hg (célula 2).

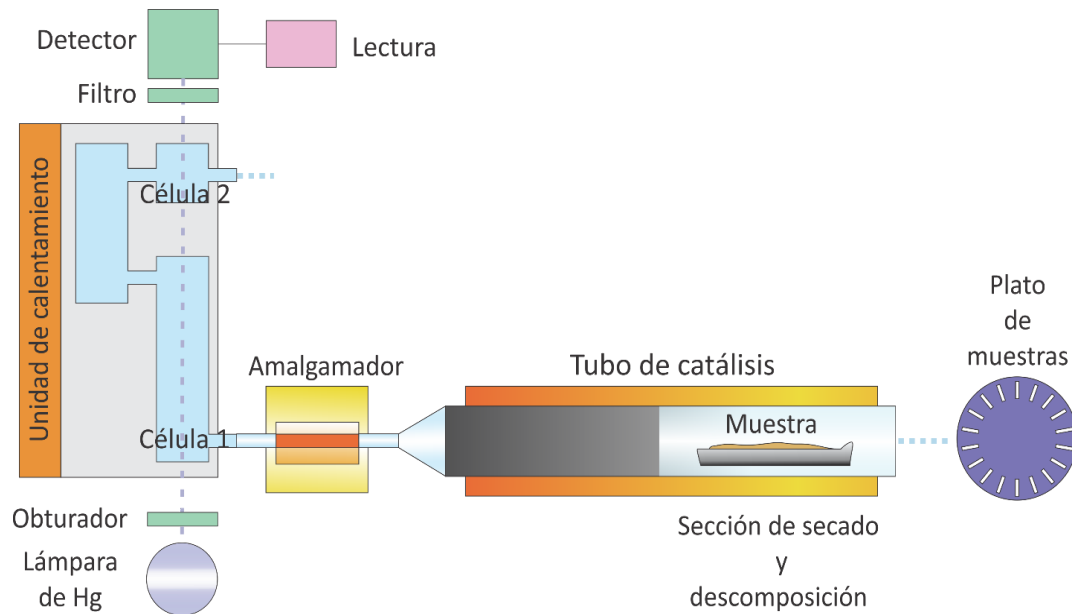
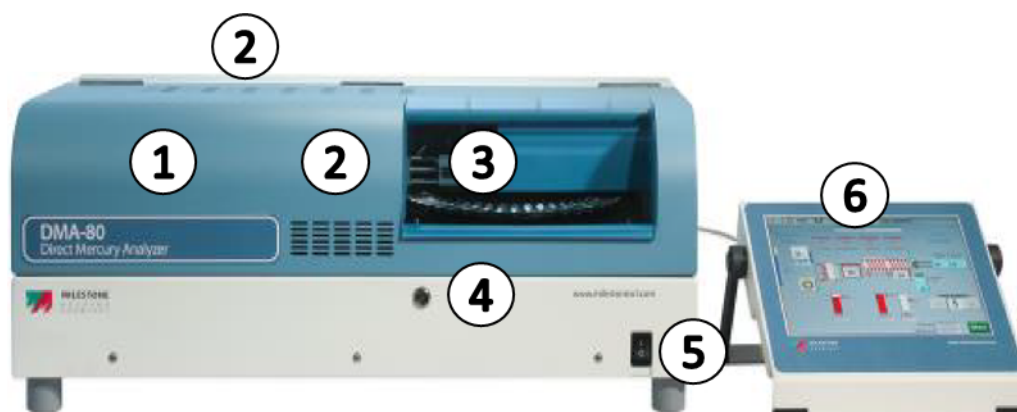


Figura 1. Principio del sistema de análisis del DMA-80 (Adaptado de Jiménez-Guerrero y Castaño, n.d.)

2.2.2 Partes del DMA-80

La Figura 2 y la Tabla 1 muestran el DMA y sus principales partes y accesorios.



1. Sistema de calentamiento y detección
2. Rejilla de ventilación del equipo
3. Automuestreador - Compartimiento para muestras por analizar
4. Cerradura de cubierta principal
5. Botón de encendido del equipo
6. Terminal digital

Figura 2. El DMA-80 y sus principales partes

ACCESORIO	FOTOGRAFÍA
Terminal 660	
Memoria USB	
Puntero lápiz	

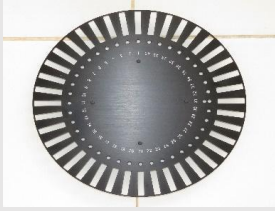
Plato de muestras	
Celdas de cuarzo	
Botes de níquel	
Soporte de baquetas	

Tabla 1. Accesorios del DMA

2.2.3 Iconografía del programa EasyCONTROL

El DMA-80 de LAMQA opera con el programa EasyCONTROL. A continuación, se muestra una vista de la pantalla principal del programa (Figura 3), así como las pestañas y botones que más se utilizan con su respectiva función (Tablas 2 y 3).

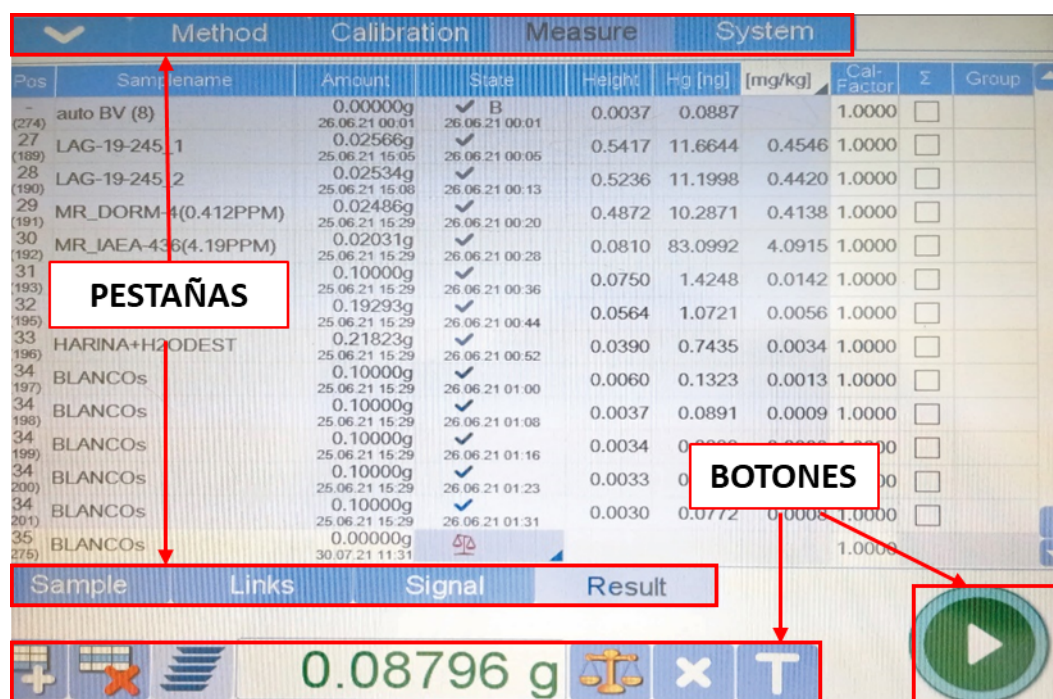


Figura 3. Vista de la pantalla principal con las principales pestañas y botones.

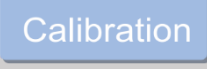
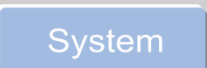
ÍCONO	DESCRIPCIÓN
	Administra los métodos. Los métodos pueden ser creados, modificados y eliminados, estos especifican las temperaturas, el tiempo de secado, los intervalos de calentamiento, descomposición y tiempo de enjuague del programa de medición.
	Administra los archivos de calibración. Permite la verificación de los puntos de la curva de calibración.
	Especifica el programa para el análisis de Hg. Este proceso puede ser monitoreado en tiempo real. Los datos previamente medidos se pueden recuperar y visualizar en cualquier momento.
	Supervisa el correcto funcionamiento del sistema (muestreador automático, elementos de calentamiento, espectrómetro, etc.). Nota: Es la primera pestaña que se revisa al iniciar el uso del equipo para verificar que el equipo funciona correctamente
	Menú desplegable. Ofrece las opciones para abrir, guardar e imprimir archivos, así como cambiar las propiedades del equipo y cerrar la sesión

Tabla 2. Principales pestañas del programa Easydoc.

ÍCONO	DESCRIPCIÓN
	NUEVA FILA Añadir nueva fila para ingresar datos de las muestras
	ELIMINAR FILA Elimina fila y toda información de la misma
	MÚLTIPLE SELECCIÓN Selecciona si se va hacer análisis de una muestra o análisis continuo de varias
	NUEVO ARCHIVO Permite la creación de un nuevo archivo
	AGRUPACIÓN Agrupa las muestras con baja concentración para una sola lectura
	REGISTRO DE PESO Registra el peso de la balanza analítica anexa al DMA en el archivo de trabajo
	INICIO Inicia, suspende o detiene el proceso de análisis.

Tabla 3. Principales botones de la pantalla principal

2.3. Control de calidad/Aseguramiento de calidad analítica

El control de calidad es un conjunto de procesos o acciones necesarias para garantizar la calidad y confiabilidad de los datos producidos. Ayudan a detectar, reducir y corregir posibles errores en el proceso de análisis. En LAMQA se utilizan 4 tipos de controles de calidad durante el ciclo del análisis de mercurio en muestras ambientales y biológicas:

- i. Blancos
- ii. Material de referencia certificado
- iii. Estándar interno de mercurio
- iv. Reproducibilidad

El control de calidad del análisis (exactitud y precisión) se determina calculando el porcentaje de recuperación de las lecturas del material de referencia y el estándar interno.

Exactitud analítica: Es la proximidad entre el resultado de una medición (valor verdadero) y el valor verdadero del analito (valor esperado). La exactitud de un método es una expresión de cuán cerca está la media de un conjunto de resultados del valor verdadero (ISO, 2017; Mayta & Supo, 2017).

Precisión analítica: Indica cuán cerca están los resultados unos de otros por mediciones replicadas en condiciones específicas y generalmente se expresa por medidas como la desviación estándar. (ISO 35, 2017).

2.3.1. Blancos

Definición: Lectura de una muestra sin el analito de interés o un análisis sin muestra.

La lectura de blancos antes, durante y después del análisis de muestras permite comprobar el nivel de fondo del equipo y verificar que el sistema no presente contaminación que pueda interferir con el análisis.

2.3.2. Material de referencia certificado

Material de referencia certificado: Sustancia suficientemente homogénea y estable con respecto a una o más de sus propiedades específicas siendo adecuadas para el uso en procesos de medición (ISO, 2017). Es el principal estándar de calidad dentro de la rutina analítica de un laboratorio. El tipo de material de referencia a utilizar durante el análisis dependerá del tipo de matriz que desee analizar.

El análisis de material de referencia certificado permite medir la exactitud del método de análisis. También permite verificar la calidad de la curva de calibración del DMA-80. En LAMQA, el ciclo de análisis de muestras para la determinación de mercurio total incluye la lectura de uno o más materiales de referencia certificados al inicio y al final de la secuencia de análisis.

NOTA 1: *Idealmente, se debe trabajar con al menos 2 materiales de referencia, cuyas concentraciones permitan verificar el buen desempeño de las dos células del DMA: Célula 1 (1-20 ng de Hg) y Célula 2 (21-1000 ng de Hg). Se recomienda la lectura del protocolo de procesamiento y análisis de la matriz de interés.*

2.3.3. Estándar líquido

Definición: En el contexto de LAMQA y el análisis de mercurio, el estándar líquido es una solución previamente preparada a partir de una solución matriz de cloruro de mercurio (HgCl_2) en cisteína. La lectura del estándar líquido forma parte del control de calidad y sirve para medir la exactitud y precisión del método de análisis. En el ciclo de análisis, este paso se realiza después de cada 10 lecturas, es decir, en la mayoría de los casos, cada 05 muestras con su réplica.

Durante el análisis de muestra, la exactitud del equipo se evalúa con la lectura de 10 ng absolutos de mercurio (punto medio de Célula 1), mientras que la precisión del equipo se evalúa con la lectura de un determinado número de nanogramos de mercurio que estén en el rango observado de las muestras analizadas (ej: si las muestras están alrededor de 50-100 ng de Hg, la prueba de precisión se puede realizar con la lectura de 50 u 80 nanogramos de Hg). Ambos volúmenes de estándar interno se leen cada 10 lecturas de muestras.

NOTA 2: *En caso de no disponer de soluciones de estándares líquidos, el procedimiento de preparación puede ser consultado en el Protocolo M-003: Calibración del equipo DMA-80.*

2.3.4. Reproducibilidad

Definición: Capacidad de un ensayo o experimento de ser reproducido o replicado. Indica el grado de acuerdo entre los resultados mutuamente independientes de un análisis obtenido con el mismo método e idénticos materiales. La reproducibilidad puede ser expresada cuantitativamente en términos de la dispersión de los resultados.

En LAMQA, las muestras se analizan al menos 02 veces para verificar la reproducibilidad del equipo. Muestras heterogéneas se pueden leer 03 o hasta 05 veces.

2. Equipos, materiales y reactivos

3.1. Equipos

- Analizador Directo de Mercurio (DMA-80, *Milestone*)
- Compresor de aire (*Milestone*) (en caso se trabaje con aire comprimido)
- Balanza analítica (*Ohaus*) (precisión: 0.01mg)
- Equipo de baño ultrasónico (*Unique*)
- Mufla (*Thermo Scientific*)

3.2. Materiales

- Micropipeta ajustable entre 100 y 1000 µL
- Soporte para baquetas
- Botes de níquel (1 mL)
- Celdas de cuarzo (1.5 mL)
- Pinza angulada (manipulación de baquetas)
- Espátula
- Guantes de nitrilo

NOTA 3: *Si no se dispone de suficientes botes para muestras, los disponibles se pueden lavar durante el proceso de análisis (ver sección 4.2.3).*

3.3. Reactivos

- Material de referencia certificado apropiado para el tipo de muestra a medir
- Solución estándar de cloruro de mercurio (HgCl_2)
- Ácido clorhídrico al 2%
- Agua destilada (si se dispone, usar agua MilliQ o agua bidestilada)
- Aire comprimido u oxígeno

4. Procedimiento operativo para el análisis de mercurio

4.1. Flujograma

La Figura 4 muestra un diagrama de flujo con los pasos que se siguen en LAMQA para el análisis de mercurio total en muestras ambientales y biológicas.

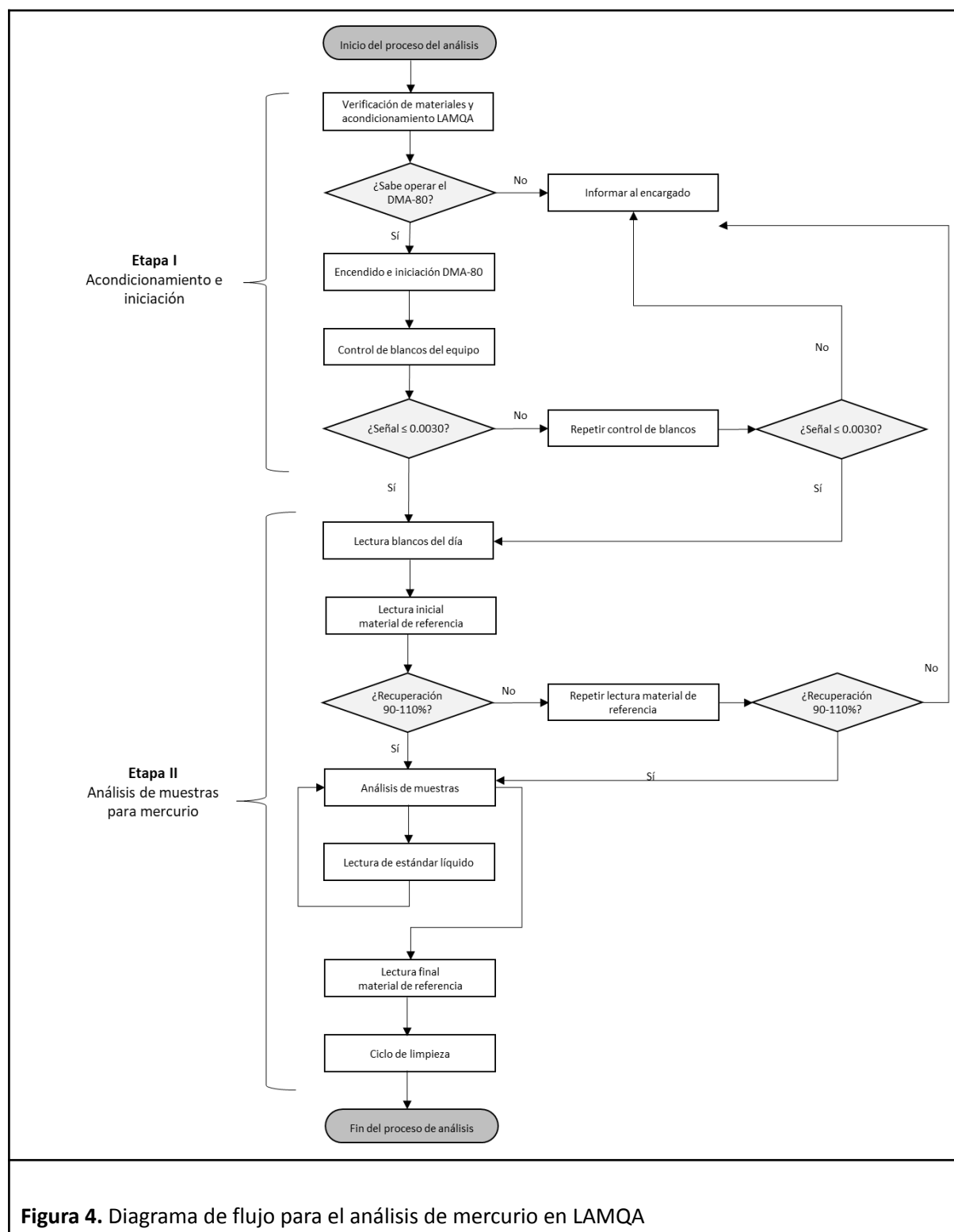


Figura 4. Diagrama de flujo para el análisis de mercurio en LAMQA

4.2. Acondicionamiento del ambiente de trabajo

En esta sección se explica el mecanismo de adecuación del ambiente de la sala de DMA en LAMQA previo al trabajo de análisis para asegurar el buen funcionamiento y preservación de los equipos.

IMPORTANTE

El aire acondicionado de la Sala DMA debe permanecer encendido las 24 horas para reducir la humedad y mantener estable la temperatura (22 -24°C) del ambiente, evitando daños al equipo.

4.2.1. Drenaje y encendido del compresor de aire

Debido a que LAMQA se encuentra en un área geográfica de alta humedad, el compresor de aire del DMA debe drenarse diariamente previo a su uso para purgar el agua que pueda haberse acumulado internamente en el sistema. A continuación, se detallan los pasos para el proceso de drenaje:

- i. Localizar el compresor de aire que se encuentra sobre un banco debajo de la mesa del equipo DMA-80 y asegurarse que esté apagado con el botón de apagado y encendido () que se encuentra en la parte posterior del equipo (Figura 5).

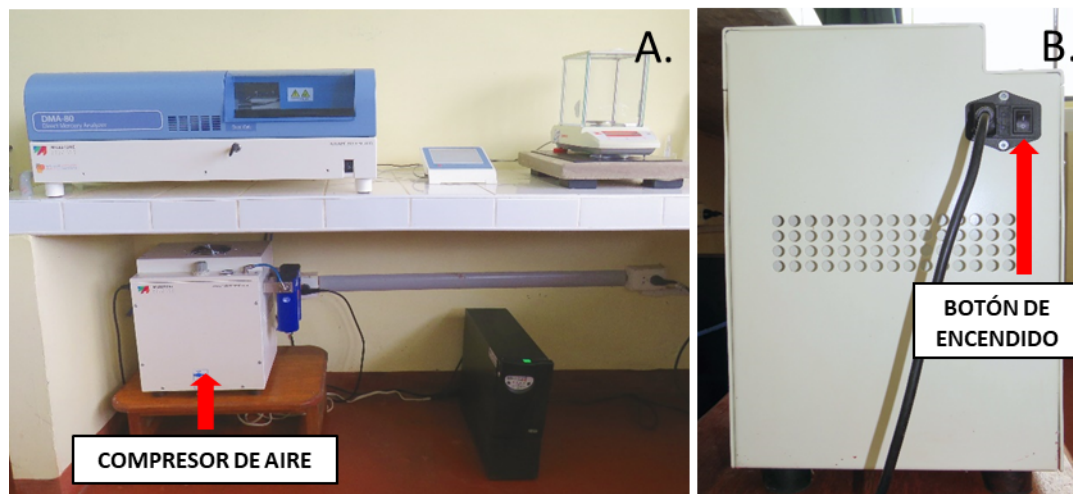


Figura 5. Compresor de aire en LAMQA. A. Ubicación del equipo debajo del DMA, B. Vista posterior del compresor indicando el botón de encendido

- ii. Para iniciar el proceso del drenaje, mover el compresor ligeramente hacia el borde del banco que lo soporta para facilitar la manipulación del equipo y tener a la mano una bandeja plástica chica para la recepción del agua de purga.
- iii. Son tres llaves de drenaje que se deben abrir: una roja y las dos llaves de los cartuchos (Figura 6). Primero se abre la llave roja que se encuentra en la parte frontal inferior del compresor. Luego se procede a desenroscar las llaves de la parte inferior de los cartuchos laterales. Para confirmar que el equipo haya drenado toda el agua, inclinarlo en un ángulo de 30 grados hacia la llave roja para facilitar la purga de toda el agua.

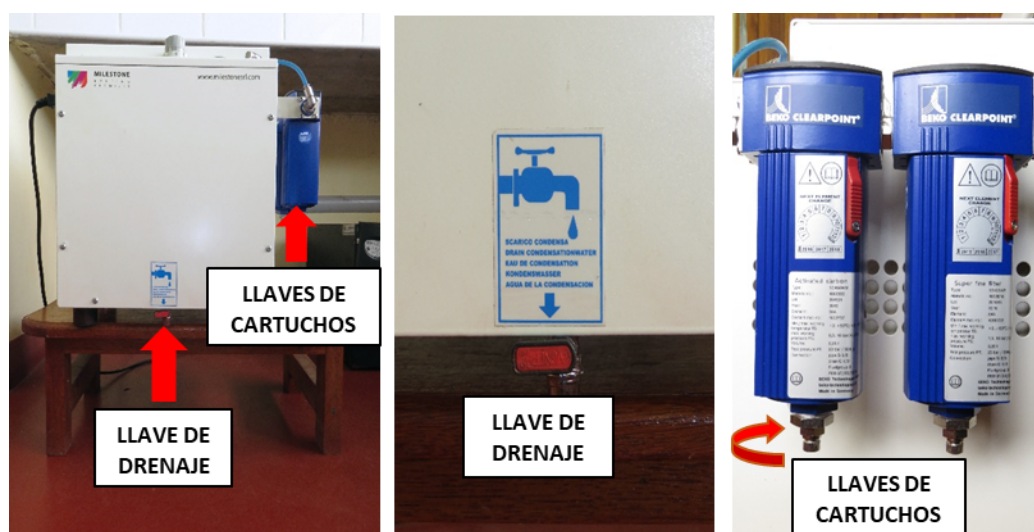


Figura 6. Vista de las llaves de purga del compresor de aire

NOTA 4: Al abrir las llaves de drenaje es normal que el equipo expulse el agua del interior con mucha presión y con material particulado (polvo) mezclado.

IMPORTANTE

El compresor de aire debe conectarse directamente a uno de los tomacorrientes. No se debe conectar al estabilizador de corriente o al Sistema de Alimentación Ininterrumpida o equipo UPS.

4.2.3. Limpieza del equipo DMA-80 previo al análisis

La limpieza del equipo DMA-80 previo al análisis consiste en limpiar las partes externas mostradas en la sección 2.2.2:

- i. De requerirse, limpiar la parte exterior del equipo con un trapo o papel toalla limpio húmedo.
- ii. Limpiar el plato de muestras (Figura 7) y el compartimiento inferior del mismo con una brocha fina o papel toalla humedecido con agua o alcohol. El papel toalla debe luego desecharse.

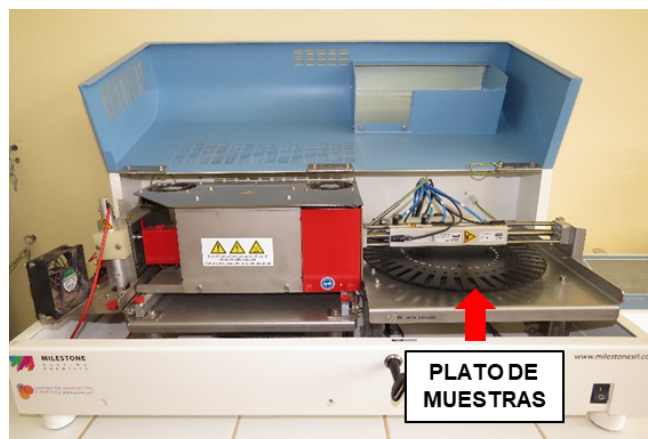


Figura 7. Plato de muestras o automuestreador del equipo DMA-80

NOTA 5: El plato de las muestras se accede levantando la cubierta color celeste del equipo. Al retirarlo, el equipo DMA emite un breve sonido para indicar la ausencia del mismo. Una vez finalizada la limpieza, el plato se retorna a su posición, haciendo coincidir la posición 1 con la señalética del mismo número.

4.2.4. Limpieza de botes para muestras

Según la disponibilidad de botes de níquel o celdas de cuarzo, el proceso de limpieza de estos se puede hacer antes, durante o después del ciclo del análisis. El procedimiento de limpieza que se aplica en LAMQA sigue los siguientes pasos:

- i. Con ayuda de una pinza, retirar del plato de muestras los botes utilizados (Figura 8).



Figura 8. Retiro de los botes o celdas del equipo DMA-80

- ii. Desechar el contenido de los botes según indicaciones del responsable del laboratorio. Luego, en el lavadero del ambiente principal y con ayuda de un cepillo pequeño, lavar con agua los botes o celdas.
- iii. Colocar los botes limpios en un vaso de precipitados con agua corriente y colocarlos en un baño de ultrasonido (Figura 9). Si se dispone de botes de níquel y celdas de cuarzo, separar los materiales en dos vasos diferentes ya que los botes de níquel podrían dañar las celdas de cuarzo.



Figura 9. Vaso de precipitados con botes de níquel dentro del baño de ultrasonido.

- iv. Conectar el equipo de ultrasonido al tomacorriente y encenderlo con el botón que se encuentra en la parte posterior. Encender el equipo con el botón frontal amarillo (Figura 10). El equipo de LAMQA está programado para un tiempo de 11 minutos.

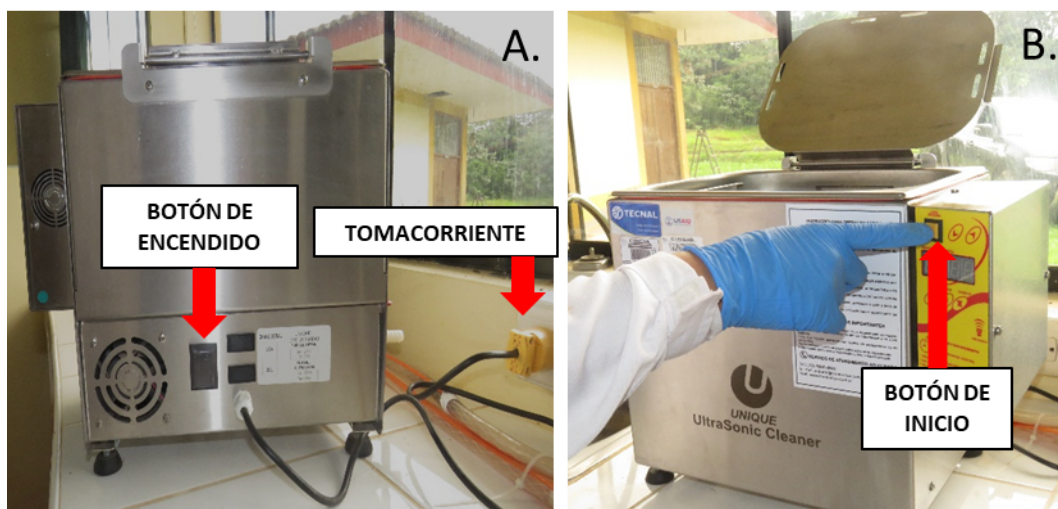


Figura 10. Baño de ultrasonido de LAMQA. A. Indicación del botón de encendido y el tomacorriente al cual conectarlo para su funcionamiento. B. Botón de inicio de sonicación.

- v. Finalizado el baño ultrasónico, retirar el vaso de precipitados con los botes del baño de ultrasonido, desechar el agua del vaso y colocar los botes boca abajo en un papel toalla para secarlas (Figura 11).

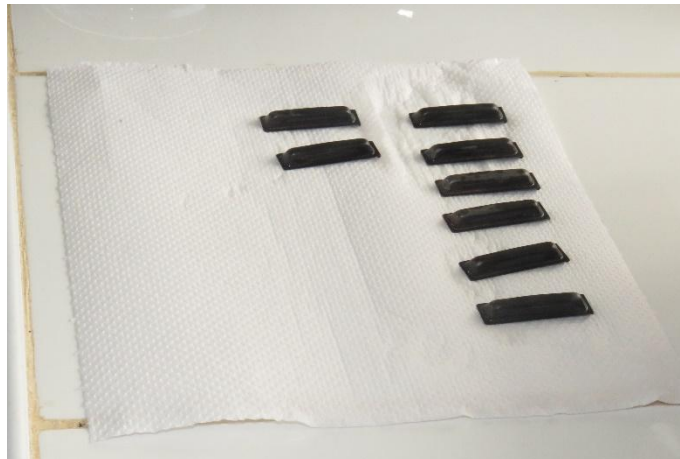


Figura 11. Secado de botes para muestras sobre papel toalla

- vi. Una vez secos, los botes y celdas se colocan sobre una camilla de papel aluminio (Figura 12) y se queman en una mufla a 400°C por 15-20 minutos (el tiempo se cuenta a partir de que la mufla alcanza la temperatura deseada) (Figura 13).



Figura 12. Colocación de botes de muestras limpios y secos sobre una camilla de papel aluminio para quemarlos en la mufla.



Figura 13. Mufla conectada a tomacorriente con conexión a tierra y con botes de muestras dentro.

IMPORTANTE

La mufla de LAMQA debe conectarse a uno de los tomacorrientes con conexión a tierra

- vii. Una vez terminado el proceso de quemado, apagar la mufla, abrir la puerta parcialmente y esperar a que los botes y celdas se enfríen para retirarlos. Una vez fríos, los botes están listos para ser utilizados nuevamente.

4.3. Encendido e iniciación del equipo DMA-80

- i. Verifique que el equipo UPS se encuentre encendido y encienda el DMA con el botón de encendido que se encuentra en la parte frontal del equipo. Generalmente este paso se realiza los lunes o al inicio de la semana.
- ii. En la pantalla de inicio de sesión (Figura 14), elegir **Administrator**, colocar la clave y presionar **OK**. Aparecerá la pantalla de inicio y el equipo iniciará el proceso de precalentamiento.

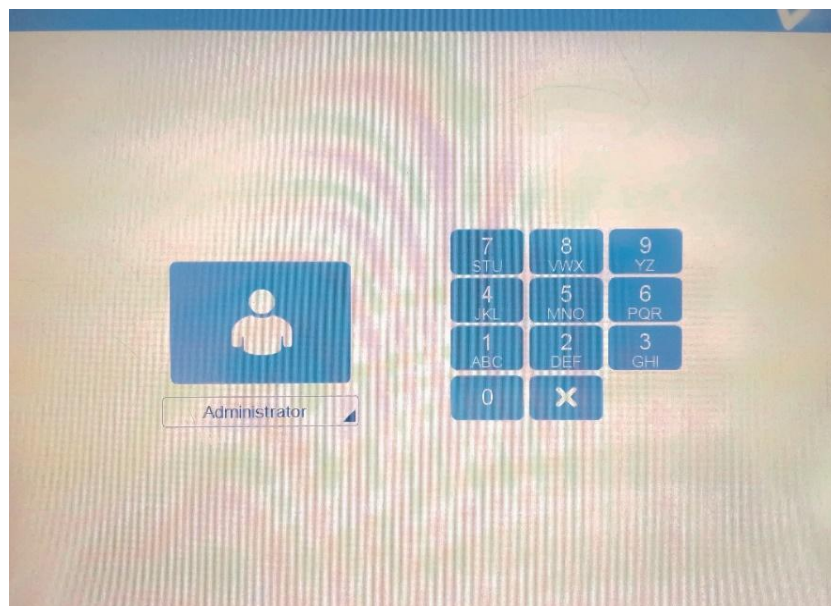


Figura 14. Pantalla de inicio de sesión del DMA-80.

- i. En la pantalla de inicio, presionar la pestaña **Measure**. Se visualizará la carpeta donde se realizó el último análisis (Figura 15).

Method Calibration Measure System									
Pos	SampleName	Amount	State	Weight	Hg [ng]	[mg/kg]	Cal-Factor	Σ	Group
1 (179)	JUN/14/2021/BLANCOS	0.10000g	✓	0.0002	0.0135	0.0001	1.0000		
2 (180)	MR_DORM-4(0.412PPM)	0.02006g	✓	0.3689	7.4612	0.3719	1.0000		
3 (181)	MR_IAEA-436(4.19PPM)	0.02158g	✓	0.0896	90.2499	4.1821	1.0000		
4 (182)	BLANCOS	0.10000g	✓	0.0044	0.0908	0.0009	1.0000		
5 (183)	BLANCOS	0.10000g	✓	0.0024	0.0540	0.0005	1.0000		
6 (184)	NUE-19-10_1	0.02217g	✓	0.3526	7.0974	0.3201	1.0000		
7 (185)	NUE-19-10_2	0.02569g	✓	0.4039	8.2539	0.3213	1.0000		
8 (186)	NUE-19-07_1	0.02771g	✓	0.0364	37.0679	1.3377	1.0000		
9 (187)	NUE-19-07_2	0.02446g	✓	0.0327	33.4210	1.3664	1.0000		
10 (188)	NUE-19-12_1	0.02120g	✓	0.2309	4.4998	0.2123	1.0000		
11 (189)	NUE-19-12_2	0.02430g	✓	0.2559	5.0180	0.2065	1.0000		
12 (190)	NUE-19-13_1	0.02771g	✓	0.5629	12.1205	0.4374	1.0000		
13 (191)	NUE-19-13_2	0.02408g	✓	0.4999	10.5321	0.4374	1.0000		
14 (192)	NUE-19-08_1	0.02221g	✓	0.2727	5.3710	0.2418	1.0000		

Sample Links Signal Result

m = <undefined>
 σ_{abs} = <undefined>
 σ_{rel} = <undefined>

Group

Figura 15. Pantalla de inicio del equipo DMA-80

- ii. Para verificar el correcto calentamiento del equipo, ir en la pestaña **System** (Figura 16). Se visualizará el sistema interno del equipo. De izquierda a derecha, las dos primeras barras deben alcanzar una temperatura óptima de 125 y 565 °C, respectivamente. Durante este

calentamiento previo, el botón INICIO () estará parpadeando hasta el momento en que el equipo se encuentre listo para ser utilizado.

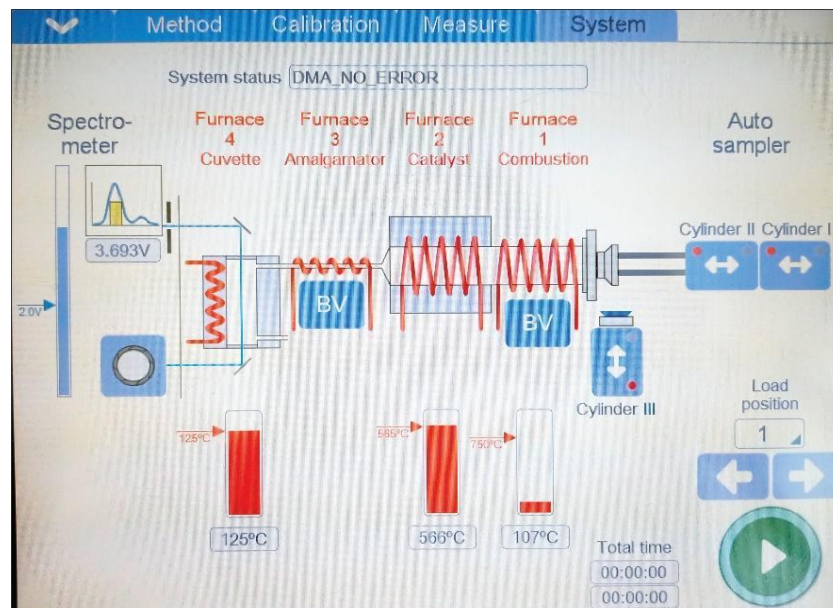


Figura 16. Pantalla de la pestaña **System**.

4.4. Control de blancos

- i. En la pantalla principal, presionar el menú desplegable () ubicado en el extremo superior derecho y seleccionar **Load** (Figura 17). Aparecerá el listado de carpetas de datos.

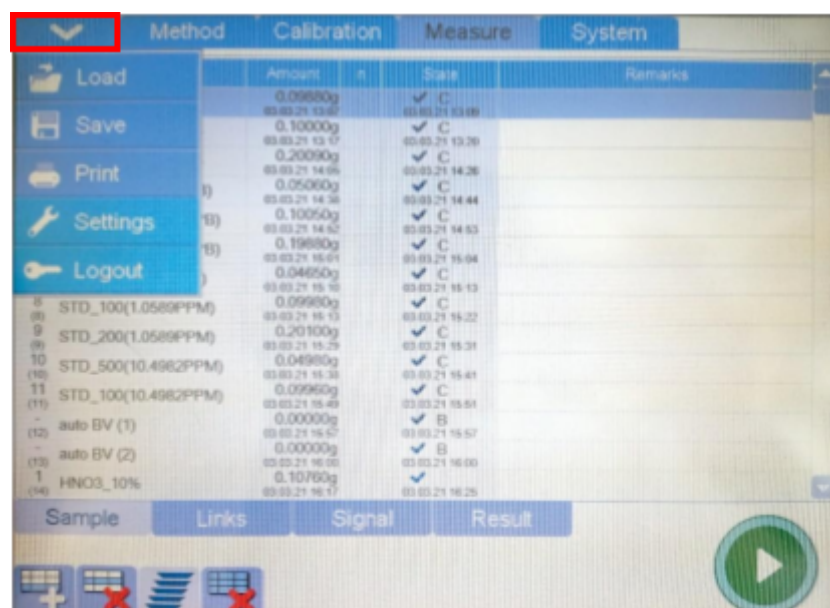


Figura 17. Pantalla de trabajo mostrando el menú de opciones

- ii. En el listado de carpetas de datos, seleccionar la carpeta “Blanco” (Figura 18).

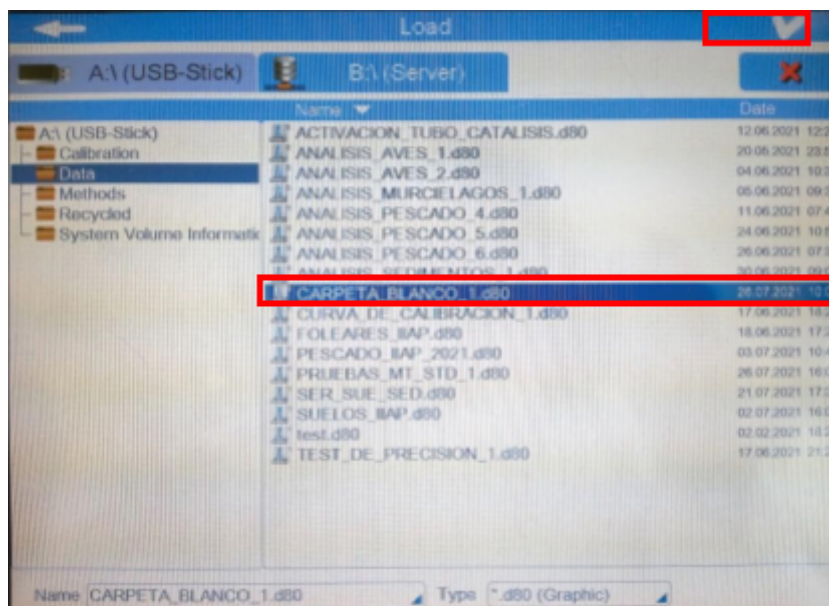


Figura 18. Carpeta de lectura de blancos

- iii. En la carpeta “Blanco” y con el botón NUEVA FILA () agregar dos nuevas filas para ingresar el nombre de los blancos (Figura 19).

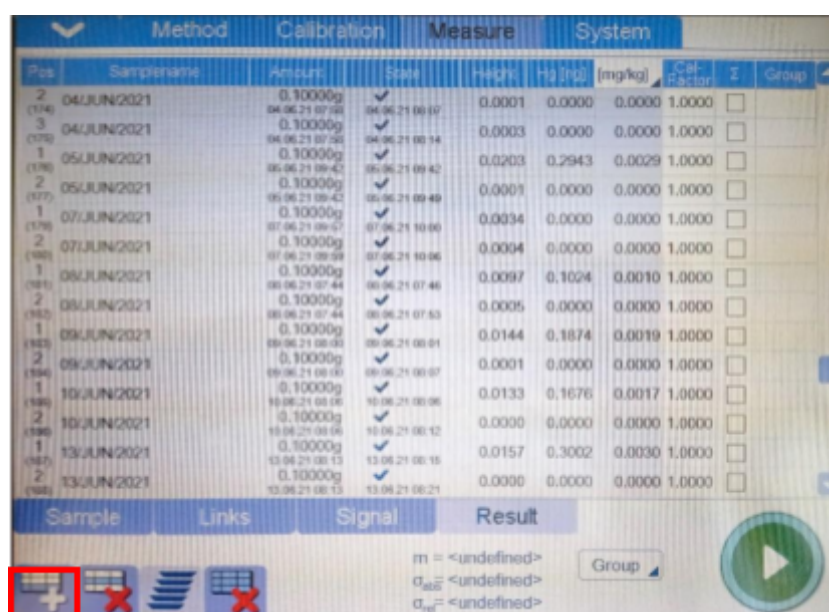
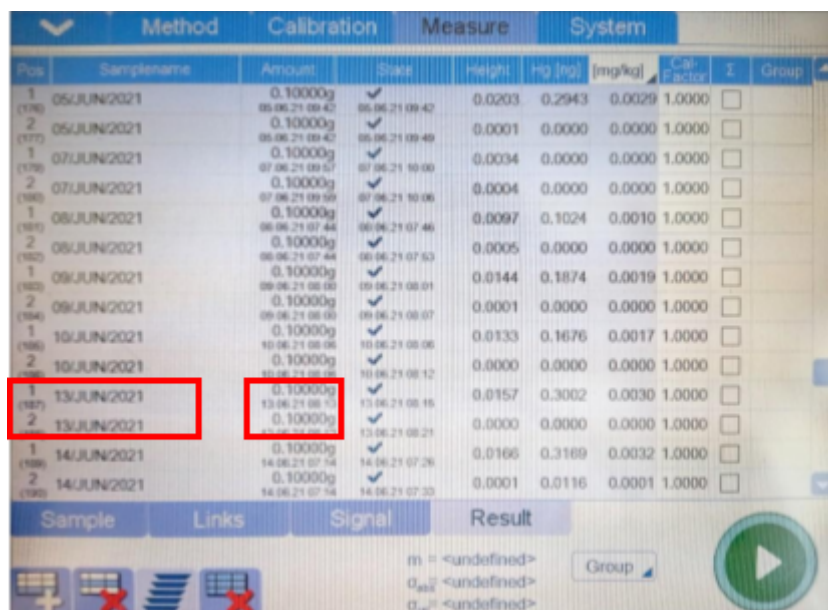


Figura 19. Pantalla del archivo de lectura de blancos indicando el botón NUEVA FILA

- iv. En la columna **Samplename** nombrar los blancos de la forma: **Día/Mes/Año** (Ejemplo: **14/JUN/2021**), luego en la columna **Amount** colocar un valor de masa diferente de cero. Se recomienda 1 ó 0.100g (es solo un número de referencia pues el blanco no lleva muestra, pero el equipo no acepta poner cero) (Figura 20).



Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg [mg]	[mg/kg]	Cal Factor	I	Group
1 (176)	05JUN/2021	0.10000g	✓	0.0203	0.2943	0.0029	1.0000		
2 (177)	05JUN/2021	0.10000g	✓	0.0001	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (178)	07JUN/2021	0.10000g	✓	0.0034	0.0000	0.0000	1.0000		
2 (180)	07JUN/2021	0.10000g	✓	0.0004	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (181)	08JUN/2021	0.10000g	✓	0.0097	0.1024	0.0010	1.0000		
2 (182)	08JUN/2021	0.10000g	✓	0.0005	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (183)	09JUN/2021	0.10000g	✓	0.0144	0.1874	0.0019	1.0000		
2 (184)	09JUN/2021	0.10000g	✓	0.0001	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (185)	10JUN/2021	0.10000g	✓	0.0133	0.1676	0.0017	1.0000		
2 (186)	10JUN/2021	0.10000g	✓	0.0000	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (187)	13JUN/2021	0.10000g	✓	0.0157	0.3002	0.0030	1.0000		
2 (188)	13JUN/2021	0.10000g	✓	0.0000	0.0000	0.0000	1.0000		
1 (189)	14JUN/2021	0.10000g	✓	0.0166	0.3169	0.0032	1.0000		
2 (190)	14JUN/2021	0.10000g	✓	0.0001	0.0116	0.0001	1.0000		

Figura 20. Vista de la programación de dos blancos.

- v. Iniciar el análisis de blancos con el botón INICIO (). Los blancos no requieren un bote o celda en el carrusel o plato de muestras
- vi. Una vez concluida la lectura de los blancos, se debe verificar que la señal resultante (columna **Height**) sea baja, es decir, que el valor esté preferentemente entre el tercer y cuarto decimal (ver Nota 6). Si no fuese el caso, repetir los pasos iii y iv hasta llegar al valor indicado.
- vii. Una vez finalizado el análisis, el resultado del análisis se guarda presionando  y seleccionar la opción **Save**.

Nota 6: *Dependiendo del tipo de muestra a analizar (suelos, agua, pescado, hojas, etc.) y de la concentración esperada de mercurio, es recomendable que los picos tengan una altura (Height) menor a 0.0030, siendo deseable que el valor se encuentre en el cuarto decimal.*

4.5. Pesaje de muestras

Toda muestra para analizarse en el DMA debe pesarse. Por ello, todas las muestras, materiales de referencia certificados y estándares líquidos deben pesarse siguiendo los siguientes pasos:

- Al inicio del día, la balanza analítica de LAMQA se encuentra en modo **En espera**. Para iniciar el proceso de pesaje, se presiona el botón de encendido como se indica en la Figura 21. La pantalla aparecerá en cero.



Figura 21. Iniciación de la balanza analítica

- Con ayuda de una pinza, colocar el soporte para botes para muestra en la parte central del platillo de la balanza y sobre éste colocar el bote para muestras (Figura 23). Presionar el botón **Tara** para que la balanza esté en cero.



Figura 22. Colocación del soporte para muestras y el bote para muestras dentro de la balanza analítica

- Una vez tarada la balanza (peso 0.00000 g), retirar de la balanza el bote para muestras y colocar el material a pesar fuera de la balanza (Figura 23).



Figura 23. Retiro del bote para muestras para colocar fuera de la balanza el material a pesar

- Con ayuda de una pinza, retornar el bote con la muestra al platillo de la balanza, cerrar las puertas y esperar hasta que la balanza estabilice el peso (Figura 24). Aparecerá un asterisco al lado izquierdo del peso de la muestra.

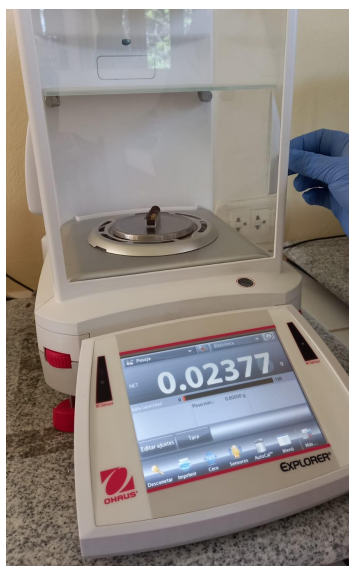


Figura 24. Bote con muestra dentro de la balanza.

- Al estabilizarse la balanza, aparecerá el símbolo  en la pantalla principal de la consola del equipo DMA. Presionar el símbolo  para ingresar el valor al DMA, verificando que esté activada la fila de la muestra que está siendo pesada (Figura 25).

Method Calibration Measure System									
Pos	Samplename	Amount	State	Height	Hg (ng)	[mg/kg]	Cal-Factor	Σ	Group
29 (132)	MR_IAEA-436(4.26PPM)	0.02049g	04/10/22 20:36	0.0779	93.6914	4.5725	1.0000		
30 (133)	HARINA+H2ODEST	0.30000g	04/10/22 20:44	0.0594	1.0359	0.0035	1.0000		
31 (134)	HNO3_10%	0.10000g	04/10/22 20:52	0.0377	0.6227	0.0062	1.0000		
-	BLANCOS	0.00000g	04/10/22 21:00	0.0027	0.0000		1.0000		
(135)	BLANCOS	0.00000g	04/10/22 21:04	0.0019	0.0000		1.0000		
(136)	BLANCOS	0.00000g	04/10/22 21:08	0.0016	0.0000		1.0000		
(137)	HARINA+H2ODEST	0.30000g	04/10/22 21:11	0.0221	0.3275	0.0011	1.0000		
(138)	HNO3_10%	0.10000g	04/10/22 21:19	0.0411	0.6868	0.0069	1.0000		
-	BLANCOS	0.00000g	04/10/22 21:27	0.0013	0.0000		1.0000		
(140)	BLANCOS	0.00000g	04/10/22 21:31	0.0010	0.0000		1.0000		
(141)	BLANCOS	0.00000g	04/10/22 21:34	0.0009	0.0000		1.0000		
(142)	OCT/05/2022/MARIA/BLAN	0.10000g	05/10/22 10:06				1.0000		
1 (143)	MR_IAEA-476(0.578PPM)	0.00000g	05/10/22 10:06				1.0000		
2 (144)	MR_IAEA-436(4.26PPM)	0.00000g	05/10/22 10:06				1.0000		
3 (145)									

Figura 25. Pantalla principal de la consola del DMA indicando el símbolo  para registrar el peso de la balanza en el equipo.

Nota 7: Dependiendo del tipo de muestra (matrix) a pesar, la balanza puede demorar en estabilizarse. Si fuese el caso, consultar con el encargado del laboratorio. Se suele considerar el peso que esté estable por al menos 5 segundos.

*** Consideraciones según el tipo de matriz a pesar:**

- **Material de referencia certificado:** Tomar el material de referencia del desecador, retirar el material de referencia y cerrar inmediatamente, retirar el film protector y con ayuda de la espátula correspondiente (cada espátula se encuentra rotulada) trasladar el contenido necesario a una baqueta de níquel. Posterior al pesaje se protegerá nuevamente con el film y guardar en el desecador.
- **Muestra:** Considerar un peso máximo de 0.050 g para muestras bióticas debido que se suele encontrar una mayor cantidad de Hg. Para muestras abióticas, considerar hasta 0.3100 g.
- **Estándar líquido:** Los estándares líquidos se guardan en la refrigeradora. Al sacarlos para uso, retirar el film protector y tomar la cantidad requerida con las micropipetas.

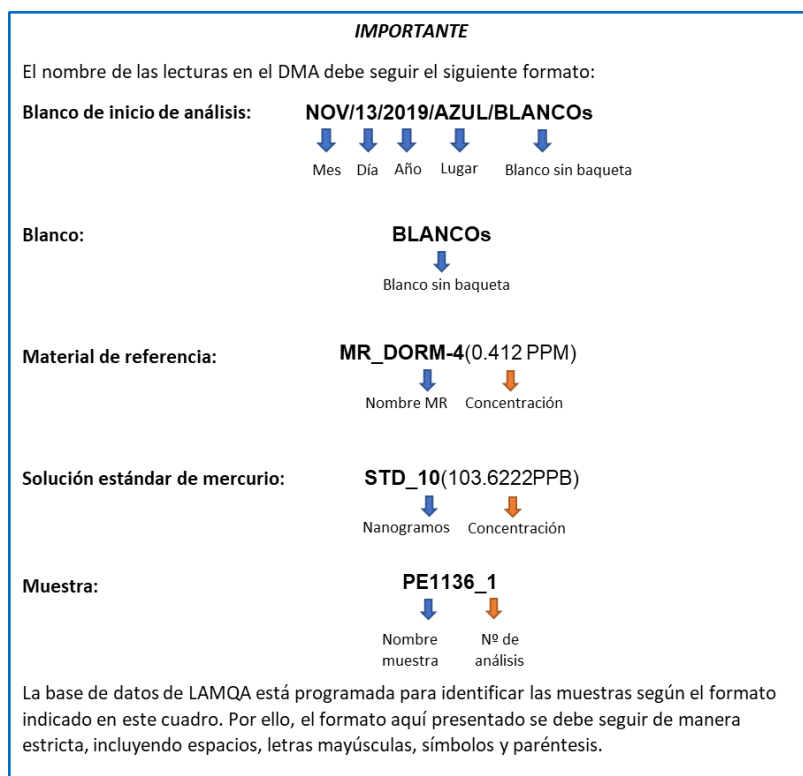
IMPORTANTE

***El material del bote de muestras dependerá del tipo de muestra a analizar:
Botes de níquel: Muestras sólidas (suelos, pescado, sedimento, cabello, etc.)
Celdas de cuarzo: Muestras líquidas o acidificadas (estándares líquidos)***

4.6. Análisis de muestras para mercurio total

En LAMQA, el análisis de muestras para la determinación de mercurio total sigue la siguiente secuencia:

- Paso 1: Lectura de blanco del día
- Paso 2: Lectura inicial de material de referencia certificado
- Paso 3: Ciclo de lectura de muestras
- Paso 4: Lectura final de material de referencia certificado
- Paso 5: Ciclo de limpieza



Paso 1: Lectura de blancos

- i. Al finalizar el control general de blancos (sección 4.4), se procede a abrir una nueva ventana presionando  y guardar el archivo con la opción **Save** (Figura 26).

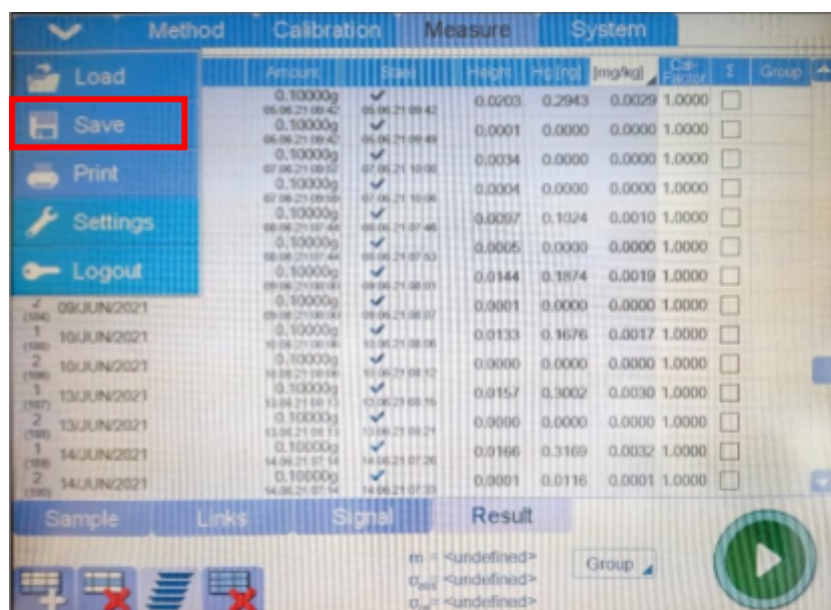


Figura 26. Vista de la pestaña de menú indicando la opción de guardar (SAVE)

- ii. Identificar la carpeta indicada según la matriz de trabajo. El nombre de la carpeta será “ANALISIS_MATRIZ_#” (la matriz es el tipo de muestra con el que se trabaja. Ej. pescado, sedimento, suelo, etc.). Seleccionar y abrir la carpeta presionando sobre el nombre de la misma (Figura 27).

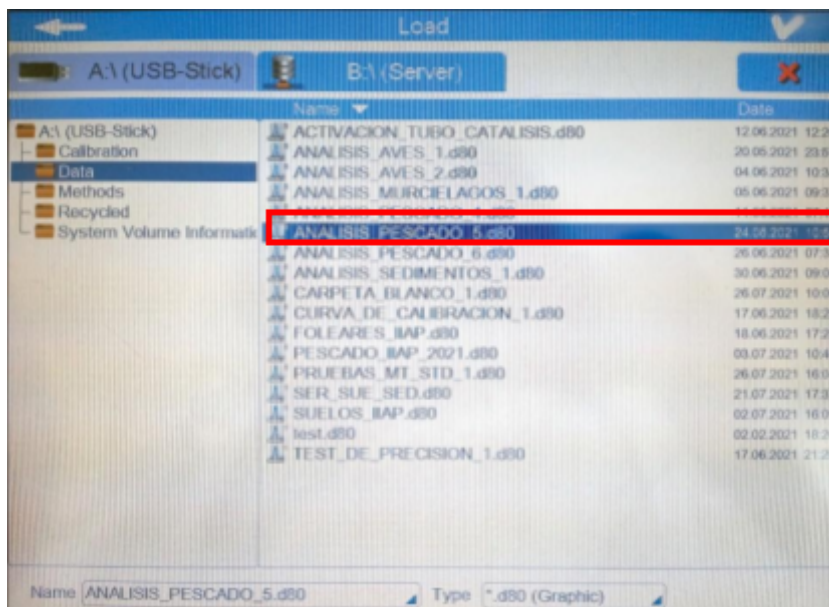


Figura 27. Vista del listado de carpetas del equipo, indicando un ejemplo de una carpeta de análisis según el tipo de matriz de las muestras.

- iii. Una vez en la carpeta de análisis, se crea una nueva fila con el botón  para ingresar la lectura de un blanco sin bote de muestra:
- iv. En la columna **Samplename** se escribe el nombre de la lectura siguiendo el siguiente formato: **MES/AÑO/LUGAR/BLANCOS** (Ej.: **JUN/14/2021/ADI/BLANCOS**) (Figura 28).
- v. En la columna **Pos** escribir el número 1 (posición 1 del plato de muestras) y en la columna **Amount** se coloca un valor diferente a cero, se recomienda **1 ó 0.1 g** (Figura 28).

Method		Calibration	Measure		System				
Pos	SampleName	Amount	State	Height	Hg [ng]	[ng/kg]	Cal Factor	Z	Group
1 (179)	JUN/14/2021/AD/BLANCOS	0.10000g 14.06.21 07:42	✓ 14.06.21 07:44		0.0002	0.0135	0.0001	1.0000	☐
2 (180)	MR_DORM-4(0.412PPM)	0.02000g 14.06.21 07:42	✓ 14.06.21 07:50		0.3689	7.4612	0.3719	1.0000	☐
3 (181)	MR_IAEA-438(4.19PPM)	0.02158g 14.06.21 07:42	✓ 14.06.21 07:50		0.0896	90.2499	4.1821	1.0000	☐
4 (182)	BLANCOS	0.10000g 14.06.21 07:44	✓ 14.06.21 08:06		0.0044	0.0908	0.0009	1.0000	☐
5 (183)	BLANCOS	0.10000g 14.06.21 07:44	✓ 14.06.21 08:13		0.0024	0.0540	0.0005	1.0000	☐
6 (184)	NUE-19-10_1	0.02217g 14.06.21 08:16	✓ 14.06.21 08:21		0.3526	7.0974	0.3201	1.0000	☐
7 (185)	NUE-19-10_2	0.02569g 14.06.21 08:29	✓ 14.06.21 08:29		0.4039	8.2539	0.3213	1.0000	☐
8 (186)	NUE-19-07_1	0.02771g 14.06.21 08:25	✓ 14.06.21 08:37		0.0364	37.0679	1.3377	1.0000	☐
9 (187)	NUE-19-07_2	0.02446g 14.06.21 08:26	✓ 14.06.21 08:45		0.0327	33.4210	1.3664	1.0000	☐
10 (188)	NUE-19-12_1	0.02120g 14.06.21 08:27	✓ 14.06.21 08:52		0.2309	4.4998	0.2123	1.0000	☐
11 (189)	NUE-19-12_2	0.02430g 14.06.21 08:31	✓ 14.06.21 09:00		0.2559	5.0180	0.2065	1.0000	☐
12 (190)	NUE-19-13_1	0.02771g 14.06.21 08:31	✓ 14.06.21 09:08		0.5629	12.1205	0.4374	1.0000	☐
13 (191)	NUE-19-13_2	0.02408g 14.06.21 08:36	✓ 14.06.21 09:16		0.4999	10.5321	0.4374	1.0000	☐
14 (192)	NUE-19-08_1	0.02221g 14.06.21 08:37	✓ 14.06.21 09:24		0.2727	5.3710	0.2418	1.0000	☐

Sample

Links

Signal

Result

m = <undefined>

α_{rel} = <undefined>

α_{c} = <undefined>

Group

Figura 28. Programación de lectura de blanco para identificar el inicio del ciclo de análisis.

NOTA 8: La lectura del blanco sirve para saber dónde se inicia un nuevo día de lectura en una misma carpeta y tener en la carpeta de análisis un registro de la lectura de los blancos.

Paso 2: Lectura inicial de materiales de referencia certificados

- Después de la lectura de blancos, se procede a añadir una o más filas nuevas a la tabla de análisis para programar la lectura de el o los materiales de referencia certificados (Figura 29)
- En la columna **Pos**, se continúa con la posición siguiente y en la columna **SampleName** se escribe el nombre del material de referencia a analizar y su concentración certificada en paréntesis.

Ej. Si se utiliza el material de referencia de músculo de pescado DORM-4, el cual tiene una concentración certificada de 0.412 ppm, la lectura deberá llevar el nombre de: MR_DORM-4(0.412PPB).

Method		Calibration	Measure		System	
Pos	SampleName	Amount	State	Height	Hg (ng)	[mg/kg]
1	JUN/14/2021/AD/BLANCOS	0.10000g	✓	0.0002	0.0135	0.0001
2	MR_DORM-4(0.412PPM)	0.02006g	✓	0.3689	7.4612	0.3719
3	MR_IAEA-436(4.19PPM)	0.02158g	✓	0.0896	90.2499	4.1821
4	BLANCOS	0.10000g	✓	0.0044	0.0908	0.0009
5	BLANCOS	0.10000g	✓	0.0024	0.0540	0.0005
6	NUE-19-10_1	0.02217g	✓	0.3526	7.0974	0.3201
7	NUE-19-10_2	0.02569g	✓	0.4039	8.2539	0.3213
8	NUE-19-07_1	0.02771g	✓	0.0364	37.0679	1.3377
9	NUE-19-07_2	0.02446g	✓	0.0327	33.4210	1.3664
10	NUE-19-12_1	0.02120g	✓	0.2309	4.4998	0.2123
11	NUE-19-12_2	0.02430g	✓	0.2559	5.0180	0.2065
12	NUE-19-13_1	0.02771g	✓	0.5629	12.1205	0.4374
13	NUE-19-13_2	0.02408g	✓	0.4999	10.5321	0.4374
14	NUE-19-08_1	0.02221g	✓	0.2727	5.3710	0.2418

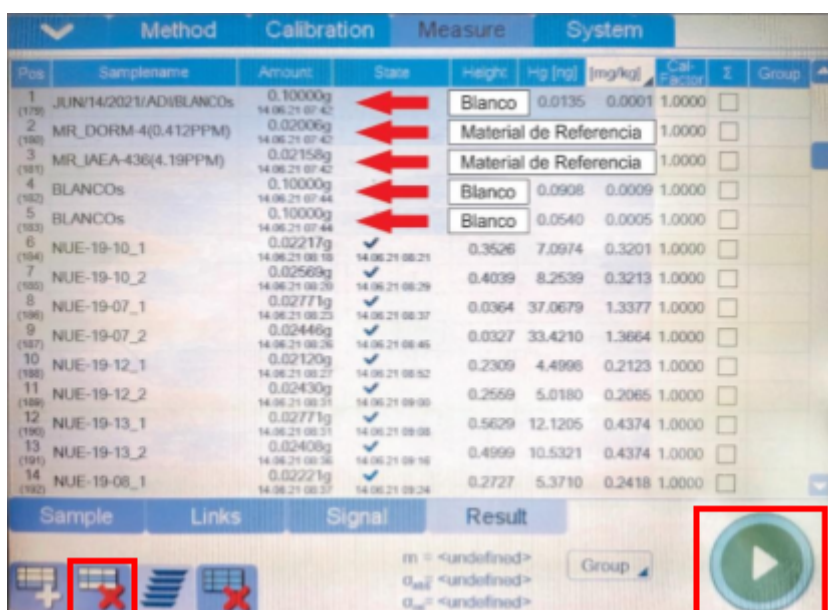
Figura 29. Programación de la lectura de dos materiales de referencia

- iii. Una vez ingresado el nombre y la posición de la lectura, se procede a pesar la cantidad de material de referencia a analizar en la balanza analítica contigua al DMA-80. El peso considerado se registra en la carpeta de trabajo utilizando el botón , que aparece en la parte inferior de la pantalla (se activa solo cuando el cursor se encuentra en la columna **Amount**).
- iv. Antes de iniciar el análisis, verificar en la pestaña superior **Links** que en la columna **Cal file** aparezca el método correcto de lectura y que esté seleccionada la curva de calibración deseada (Figura 30)

Method		Calibration	Measure	System
Pos	SampleName	State	Cal file	Method
9	LAR-19-128_1	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
10	LAR-19-128_2	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
11	LAR-19-122_1	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
12	LAR-19-122_2	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
13	LAR-19-173_1	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
14	LAR-19-173_2	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
15	STD_10(100.8681PPM)	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
16	STD_50(1.0264PPM)	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
17	BLANCOS	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
17	BLANCOS	✓	JUN_16_2021.c80	Standard.m80
1	JUN/14/2021/BLANCOS	✓	JUN_12_2021.c80	Standard.m80
2	MR_DORM-4(0.412PPM)	✓	AIR_29_2021.c80	Standard.m80
3	MR_IAEA-436(4.19PPM)	✓	JUN_12_2021.c80	Standard.m80
			JUN_16_2021.c80	
			MAR_30_2021.c80	
			NewCalibration.c80	

Figura 30. Vista de la pestaña **Links** indicando las alternativas de selección para la curva de calibración a utilizar para la lectura de la muestra.

- v. Regresar a la pantalla anterior presionando la pestaña **Measure** y asegurarse tener el esquema mostrado en la Figura 31. Para iniciar la lectura, colocar el cursor sobre la primera fila introducida (según el ejemplo, NOV/29/2019BLANCOS), seleccionar el modo continuo de lectura  e inicie el análisis con .



Pos	SampleName	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/kg]	Cal Factor	Σ	Group
1 (179)	JUN/14/2021/AD(BLANCOS)	0.10000g			0.0135	0.0001	1.0000		
2 (180)	MR_DORM-4(0.412PPM)	0.02006g					1.0000		
3 (181)	MR_IAEA-436(4.19PPM)	0.02158g					1.0000		
4 (182)	BLANCOS	0.10000g			0.0908	0.0009	1.0000		
5 (183)	BLANCOS	0.10000g			0.0540	0.0005	1.0000		
6 (184)	NUE-19-10_1	0.02217g	✓	0.3526	7.0974	0.3201	1.0000		
7 (185)	NUE-19-10_2	0.02569g	✓	0.4039	8.2539	0.3213	1.0000		
8 (186)	NUE-19-07_1	0.02771g	✓	0.0364	37.0679	1.3377	1.0000		
9 (187)	NUE-19-07_2	0.02446g	✓	0.0327	33.4210	1.3664	1.0000		
10 (188)	NUE-19-12_1	0.02120g	✓	0.2309	4.4968	0.2123	1.0000		
11 (189)	NUE-19-12_2	0.02430g	✓	0.2559	5.0180	0.2065	1.0000		
12 (190)	NUE-19-13_1	0.02771g	✓	0.5629	12.1205	0.4374	1.0000		
13 (191)	NUE-19-13_2	0.02408g	✓	0.4999	10.5321	0.4374	1.0000		
14 (192)	NUE-19-08_1	0.02221g	✓	0.2727	5.3710	0.2418	1.0000		

Figura 31. Vista del esquema final para la lectura inicial de materiales de referencias certificados (MR)

- vi. Una vez concluida la lectura del material o los materiales de referencia, calcular el porcentaje de recuperación con la siguiente fórmula:

$$\text{Recuperación} = \frac{\text{Valor observado}}{\text{Valor esperado}} \times 100\%$$

El porcentaje de recuperación debe estar entre el 90 y el 110% para considerarse aceptable y poder proseguir con el análisis de muestras.

- vii. Programar la lectura de dos blancos para asegurar que el equipo retorne a su línea base (ver Paso 1 – Lectura de blancos). Ver Nota 6.

IMPORTANTE

Cuando se leen dos o más materiales de referencia, el orden del análisis debe ser en orden ascendente con relación a la concentración, es decir, primero se lee el material con menor concentración y por último el de mayor concentración.

Paso 3: Ciclo de lectura de muestras

Si el **Paso 1** y el **Paso 2** fueron satisfactorios, y los controles de calidad tuvieron porcentajes de recuperación aceptables (90 a 110%) , se procede a cargar las muestras para el análisis de mercurio. Un ciclo de lectura de muestras comprende:

- i. lecturas de muestras
- ii. lecturas de estándar líquido
- iii. lecturas de blancos

Este ciclo puede ser repetido las veces necesarias durante el día. Para el análisis de muestras deberá seguir los siguientes pasos:

i. Lectura de muestras

- En la misma pantalla donde se trabajó el **Paso 1** y el **Paso 2**, se procede a programar la lectura de las muestras. Idealmente, cada muestra debe leerse al menos 02 veces para asegurar la replicabilidad analítica. En caso de muestras heterogéneas, la lectura debe realizarse por triplicado.
- La programación de la lectura de muestras sigue el mismo proceso que la lectura del material de referencia (**Paso 2**). Es decir, primero se adiciona una nueva fila con el botón NUEVA FILA ().
- Se digita el nombre de la muestra a analizar y se registra el peso del material utilizando el botón de la balanza. El nombre de la muestra debe indicar el número de la repetición a la que corresponde. Para esto, escribir al final del nombre “_#”, donde “#” es el número de veces que la muestra es analizada. Por ejemplo, a una muestra con el código NUE-19-10 se le asignará NUE-19-10 _1 a la primera lectura y NUE-19-10 _2 a la segunda lectura (Figura 32).
- Cargar máximo 05 muestras independientemente del número de repeticiones que necesita (Figura 32).

Method Calibration Measure System									
Pos	SampleName	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/kg]	Cal-Factor	Z	Group
1	JUN/14/2021/AD/BLANCOS	0.10000g		Blanco	0.0135	0.0001	1.0000		
2	MR_DORM-4(0.412PPM)	0.02000g		Material de Referencia			1.0000		
3	MR_IAEA-436(4.19PPM)	0.02158g		Material de Referencia			1.0000		
4	BLANCOS	0.10000g		Blanco	0.0908	0.0009	1.0000		
5	BLANCOS	0.10000g		Blanco	0.0540	0.0005	1.0000		
6	NUE-19-10_1	0.02217g		Muestra	7.0974	0.3201	1.0000		
7	NUE-19-10_2	0.02569g		Muestra	8.2539	0.3213	1.0000		
8	NUE-19-07_1	0.02771g		Muestra	37.0679	1.3377	1.0000		
9	NUE-19-07_2	0.02446g		Muestra	33.4210	1.3664	1.0000		
10	NUE-19-12_1	0.02120g		Muestra	4.4998	0.2123	1.0000		
11	NUE-19-12_2	0.02430g		Muestra	5.0180	0.2065	1.0000		
12	NUE-19-13_1	0.02771g		Muestra	12.1205	0.4374	1.0000		
13	NUE-19-13_2	0.02408g		Muestra	10.5321	0.4374	1.0000		
14	NUE-19-08_1	0.02221g		Muestra	5.3710	0.2418	1.0000		

Figura 32. Vista del esquema final para la lectura de muestras.

ii. Lectura de estándar líquido de mercurio

- Al finalizar la lectura de 05 muestras en el DMA, se procede a hacer un control de calidad usando estándar líquido (Sección 2.3.3). Para el control de precisión, se cargan 05 muestras de 10 ng de mercurio (revisar el Protocolo “Calibración del analizador directo de mercurio DMA-80”) (Figura 33).
- Para programar la lectura de los estándares internos se sigue el mismo procedimiento que para la lectura de muestras. Las lecturas se deben nombrar como se muestra en el ejemplo a continuación:

STD_10(103.6222PPB) y STD_100(1.0339PPM)

↓ ↓ ↓ ↓

Nanogramos Conc. 100 ppb Nanogramos Conc. 1 ppm

Method		Calibration	Measure		System				
Pos	SampleName	Amount	State	Height	Hg [ng]	[mg/kg]	Cal-Factor	Z	Group
4 (182)	BLANCOS	0.10000g	✓	0.0044	0.0908	0.0009	1.0000		
5 (183)	BLANCOS	0.10000g	✓	0.0024	0.0540	0.0005	1.0000		
6 (184)	NUE-19-10_1	0.02217g	←	Muestra	7.0974	0.3201	1.0000		
7 (185)	NUE-19-10_2	0.02569g	←	Muestra	8.2539	0.3213	1.0000		
8 (186)	NUE-19-07_1	0.02771g	←	Muestra	37.0679	1.3377	1.0000		
9 (187)	NUE-19-07_2	0.02446g	←	Muestra	33.4210	1.3664	1.0000		
10 (188)	NUE-19-12_1	0.02120g	←	Muestra	4.4998	0.2123	1.0000		
11 (189)	NUE-19-12_2	0.02430g	←	Muestra	5.0180	0.2065	1.0000		
12 (190)	NUE-19-13_1	0.02771g	←	Muestra	12.1205	0.4374	1.0000		
13 (191)	NUE-19-13_2	0.02408g	←	Muestra	10.5321	0.4374	1.0000		
14 (192)	NUE-19-08_1	0.02221g	←	Muestra	5.3710	0.2418	1.0000		
15 (193)	NUE-19-08_2	0.02263g	←	Muestra	5.4499	0.2408	1.0000		
16 (194)	STD_10(100.8681PPB)	0.10812g	←	Estandar líquido		0.0990	1.0000		
17 (195)	STD_30(1.0264PPM)	0.03009g	←	Estandar líquido		1.0159	1.0000		

Figura 33. Vista del esquema final para la lectura de estándares líquidos internos

- Una vez concluida la lectura del estándar líquido, calcular su porcentaje de recuperación para determinar la precisión del equipo (ver fórmula en Paso 2-vi).

NOTA 9: Los estándares líquidos deben tener concentraciones conocidas, la concentración del primero será de 10 ng de Hg (Prueba de precisión) y la concentración del segundo estándar líquido es variable, será un valor similar al que las muestras analizadas han presentado (Prueba de la faja de trabajo).

IMPORTANTE

Si el porcentaje de recuperación del estándar interno no se encuentra dentro del rango establecido, la lectura de estándar líquido debe repetirse. Si continúa fuera del rango aceptable, informar al encargado de LAMQA para preparar nuevas soluciones.

iii. Lectura de blanco

- Luego de la lectura de los estándares líquidos, se deben leer 02 blancos con lo que finaliza el ciclo de lectura de muestras. Repetir el ciclo de análisis (**Paso 3**) de acuerdo al número de muestras disponibles.

Paso 4: Lectura final de material de referencia certificado

- Al finalizar la lectura de todas las muestras, se procede a hacer una segunda y última lectura del material de referencia para controlar y garantizar la exactitud durante el ciclo de análisis. Este paso se lleva a cabo igual que el **Paso 2**.

Paso 5: Ciclo de limpieza

El ciclo de limpieza se programa al finalizar el día de análisis y consiste en la lectura de 02 blancos sin bote.

No obstante, si durante el día de trabajo ha leído muestras con alto contenido de mercurio que puede haber contaminado el equipo, programe el siguiente ciclo:

- 01 muestra de 0.3 g de harina
- 01 alícuota de 100 µL de ácido clorhídrico (HCl) al 2%
- 02 blancos sin bote

NOTA: Si hay sospecha de muestras contaminadas y/o se observa que las concentraciones de mercurio sobrepasan el valor esperado en la lectura de los controles (material de referencia) o blancos, se recomienda 2 ó 3 ciclos de limpieza seguidos. Al finalizar los ciclos de limpieza, verificar que el equipo haya retornado a su nivel de fondo ($Height \leq 0.0030$).

Al finalizar el ciclo de análisis y limpieza, guardar los resultados obtenidos. Posteriormente, el encargado del laboratorio actualizará la información al sistema en línea.

5. Bibliografía

- ISO. (2017). *GUIDE 35: Reference materials—Guidance for characterisation and assessment of homogeneity and stability. International Organisation for Standardisation (ISO), Geneva, Switzerland.*
- Mayta, A., & Supo, K. L. (2017). *Optimización del tiempo de digestión de soluciones cianuradas para determinar elementos pesados por el método de arrastre de vapor frío.* Universidad Nacional de San Agustín.