

QUÍMICA ANALÍTICA APLICADA INORGÁNICA QMC-613

Determinación de Metales por Absorción Atómica en Aguas Naturales, Potables y Residuales

Procedimiento Operativo Estándar

Lic. Luis Fernando Cáceres Choque

07/10/2013

Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Llama



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 2 de 6

Determinación de Metales por Absorción Atómica en Aguas Naturales, Potables y Residuales

Tabla de contenido

1.	APLICACIÓN	3
2.	REFERENCIAS	3
3.	RESUMEN MÉTODO	3
4.	PRECAUCIONES DE SEGURIDAD.....	4
5.	INTERFERENCIAS.....	4
6.	MUESTREO Y PRESERVACIÓN	4
7.	INSTRUMENTOS Y MATERIAL	4
8.	REACTIVOS	5
9.	TRATAMIENTOS PREVIOS	5
10.	CALIBRACIÓN DEL MÉTODO	6
11.	ANÁLISIS DE LA MUESTRA.....	6
12.	ANÁLISIS DE DATOS	8
13.	CONTROL DE CALIDAD	9
14.	PREPARACIÓN DE ALGUNOS ESTÁNDARES	10
15.	BIBLIOGRAFÍA.....	10



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 3 de 6

1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica se usa establece el método de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación de metales solubles, totales y suspendidos en aguas naturales, potables y residuales.

2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de equipo de absorción atómica
- 2.2. Ficha de seguridad de reactivos químicos
- 2.3. Manuales de lámparas de cátodo hueco.

3. RESUMEN MÉTODO

- 3.1. El método para la determinación de metales por espectrofotometría de absorción atómica en aguas naturales, potables y residuales se basa en la generación de átomos en estado basal y en la medición de la cantidad de energía absorbida por estos, la cual es directamente proporcional a la concentración de ese elemento en la muestra analizada.
- 3.2. Para determinar los contenidos totales de metales en la muestra, ésta debe ser digerida según el procedimiento de digestión correspondiente, para reducir la interferencia por materia orgánica y convertir todo el metal a una forma libre, determinar por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) con llama.
- 3.3. Para determinar los contenidos solubles de metales en la muestra, filtrar la muestra previa acidificación de la misma, por tamaño de poro de 0.45 μm y realizar la determinación por EAA en el filtrado.
- 3.4. Para determinar los contenidos suspendidos de metales en la muestra, digerir el residuo generado en el filtro de 0.45 μm (3.3) y realizar la determinación en el digerido por EAA.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 4 de 6

4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Emplear guardapolvo en laboratorio u overol en campo, guantes de nitrilo y lentes para la manipulación de muestras y reactivos ácidos.
- 4.2. El agregado de ácidos realizarlo bajo campana de extracción de gases y con guantes apropiados.
- 4.3. El lavado de material con ácido realizarlo con guantes resistente a ácidos.
- 4.4. Usar siempre la extracción de gases mientras la llama del equipo esté encendida.

5. INTERFERENCIAS

- 5.1. La interferencia por materia orgánica se reduce por digestión de la muestra según procedimientos. Si los contenidos aún son elevados, emplear corrector de ruido de fondo.

6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN

- 6.1. Recolectar en frasco de polietileno o polipropileno de 1L de capacidad de cierre hermético o en bolsa de muestreo de líquido de plástico descartable. Llenar los frascos con las muestras, sin dejar cámaras de aire.
- 6.2. Preservar ajustando a pH menor a 2 con ácido nítrico, indicándolo en la etiqueta. Analizar antes de 6 meses.

7. INSTRUMENTOS Y MATERIAL

- 7.1. Espectrofotómetro de absorción atómica con llama, con quemador de 10 cm de longitud.
- 7.2. Lámpara de cátodo hueco de hierro.
- 7.3. Balanza analítica de precisión 1 mg.
- 7.4. Micropipetas automáticas de volumen variable (entre 10 y 1000 μ L).
- 7.5. Tubos de plástico, con tapa, descartables, de 10 mL de capacidad.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 5 de 6

- 7.6. Equipo para filtración a vacío: bomba de vacío, trampa de agua, kitasato receptor del filtrado y portafiltro.
- 7.7. Filtros de 0,45 μ m de tamaño de poro.

8. REACTIVOS

- 8.1. Agua: Agua destilada y desionizada con una resistividad menor a 18 M Ω -cm.
- 8.2. Ácido Nítrico (HNO₃): Ácido nítrico concentrado al 65 %, d = 1,40 g/mL.
- 8.3. Ácido clorhídrico (HCl), concentrado al 37%, d = 1.2 g/mL.
- 8.4. Solución de ácido nítrico para lavado 5%: solución al 5 % v/v de ácido nítrico calidad p.a. en agua destilada, preparar anualmente.
- 8.5. Solución de ácido nítrico para lavado 20%: solución al 20 % v/v de ácido nítrico calidad p.a. en agua destilada 8.1, preparar anualmente.
- 8.6. Disolución patrón (certificada y/o preparada en el laboratorio 1 g/L de: aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, calcio, cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, sílice, sodio, titanio, vanadio, zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de aguas). Almacenar en frasco de plástico. Es estable por 1 año.
- 8.7. Disolución patrón intermedia: Preparar las disoluciones patrón de acuerdo al método tomando una alícuota adecuada de la disolución patrón certificada.
- 8.8. Disoluciones patrón: Demostrar el intervalo lineal con un mínimo de 4 disoluciones y un blanco que estén dentro del intervalo de trabajo.
- 8.9. Disolución patrón para la matriz adicionada: La concentración depende del metal a analizar y de la técnica utilizada, se debe preparar a partir de la disolución patrón intermedia.

9. TRATAMIENTOS PREVIOS

- 9.1. Para la determinación de metales disueltos y/o suspendidos, tanto la muestra como los blancos deben filtrarse a través de una membrana de poro de 0,45 micras, previamente lavada con una disolución de ácido nítrico (1 %) y enjuagando con agua antes de



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 6 de 6

utilizarse.

10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

- 10.1. Encender el equipo y conectar la lámpara para el metal que se va a determinar.
- 10.2. Alinear la lámpara hasta obtener la máxima energía.
- 10.3. Seleccionar el ancho de banda espectral óptimo, el cual depende de cada elemento en particular. Seleccionar la longitud de onda para el metal de interés de acuerdo al protocolo del laboratorio o del manual del fabricante. Optimizar la longitud de onda ajustándola hasta obtener la máxima energía. Esperar de 10 min a 20 min para que se estabilice el equipo, una vez encendida la lámpara.
- 10.4. Ajustar las condiciones de la flama aire-acetileno de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Encender la flama. Permitir que el sistema alcance el equilibrio de temperatura.
- 10.5. Aspirar un blanco (matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes y proporciones usadas en el procesamiento de la muestra) y poner el instrumento en cero.
- 10.6. Aspirar una disolución estándar del metal a analizar, ajustar la velocidad de flujo del nebulizador hasta obtener la máxima sensibilidad, así como ajustar el quemador horizontal y verticalmente hasta obtener la máxima respuesta.
- 10.7. Realizar la curva de calibración con un mínimo de cuatro concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento. El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal).

11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

Digestión/ Tratamiento de la Muestra

- 11.1. Realizar tres lecturas independientes (por lo menos) para cada muestra, blanco, patrón, etc. Las muestras de aguas residuales, requieren en general, un tratamiento previo antes del análisis. Los metales totales incluyen las combinaciones de carácter orgánico e inorgánico, tanto disueltos como en partículas. Las muestras incoloras,



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 7 de 6

transparentes con una turbiedad < 1 UNT, pueden analizarse directamente sin digestión. En caso de agua potable habrá que concentrar para algunos metales.

Preparación de la muestra para determinación de metales disueltos y suspendidos

- 11.2. Para la determinación de metales disueltos, la muestra debe filtrarse en el momento de su colección y/o en el laboratorio a través de una membrana de poro de 0,45 micras. Hacer un blanco utilizando una membrana similar, lavada con agua para asegurarse que está libre de contaminación. Preacondicionar la membrana enjuagándola con ácido nítrico (1 %) y dándole un enjuague con agua destilada-desionizada antes de utilizarla.
- 11.3. Para la muestra de metales suspendidos, registrar el volumen de muestra filtrada e incluir una membrana en la determinación del blanco. Antes de filtrar, centrifugar las muestras con un alto contenido de turbiedad en tubos de plástico de alta densidad o TFE lavados con ácido. Agitar y filtrar con ayuda de bomba de vacío.
- 11.4. Después de la filtración, acidificar el filtrado a un pH de 2 con ácido nítrico concentrado y analizar directamente.
- 11.5. La membrana para análisis de metales suspendidos debe guardarse en una caja de petri lavada, enjuagada con disolución ácida y seca, si la filtración se realiza en campo.
- 11.6. Para la digestión de la muestra en plancha de calentamiento y en vaso abierto transferir la membrana a un vaso de precipitados de 250 mL y añadir 4 mL de ácido nítrico concentrado. Incluir un filtro para la determinación del blanco. Cubrir con vidrio de reloj y calentar. El ácido caliente disuelve la membrana rápidamente. Incrementar la temperatura para la digestión del material.
- 11.7. Calentar casi a sequedad evitando que hierva la muestra, enfriar y lavar el vidrio de reloj con agua y añadir otros 3 mL de ácido nítrico concentrado. Cubrir y continuar calentando hasta digestión completa, generalmente es cuando adquiere una apariencia cristalina o no cambia con la adición del ácido.
- 11.8. Evaporar casi a sequedad (aproximadamente 2 mL), enfriar y lavar el vidrio de reloj con agua, añadir 10 mL de ácido clorhídrico (1:1) y 15 mL de agua por cada 100 mL de dilución y calentar por otros 15 min para redissolver precipitados que se hayan formado.
- 11.9. Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio reloj con agua y filtrar para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajustar el volumen basado en la concentración esperada de los analitos. La muestra está lista para su análisis.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 8 de 6

Preparación de la muestra para la determinación de metales totales por digestión en plancha de calentamiento y en vaso abierto en aguas naturales, potables y residuales.

- 11.10. Homogeneizar perfectamente la muestra, verificando que no existan sólidos adheridos en el fondo del contenedor. Inmediatamente después tomar una alícuota de 50 mL a 100 mL dependiendo de la naturaleza de la muestra, y transferir a un vaso de precipitados para digestión.
- 11.11. Añadir 3 mL de ácido nítrico concentrado y calentar en la plancha, evaporar, cuidando que no hierva, hasta aproximadamente de 2 mL a 5 mL de muestra y enfriar.
- 11.12. Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado, cubrir con un vidrio de reloj y pasar nuevamente la muestra a la plancha de calentamiento. Incrementar la temperatura de calentamiento hasta que exista reflujo de vapores. Continuar calentando y en caso de ser necesario, agregar mayor cantidad de ácido nítrico concentrado y continuar la digestión. Cuando la digestión es completa (cuando la muestra tenga apariencia cristalina constante) retirar la muestra y enfriar.
- 11.13. Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio de reloj con agua y filtrar para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajustar el volumen basado en la concentración esperada de los analitos. La muestra está lista para su análisis. Las concentraciones deben reportarse como metales totales.
- 11.14. Análisis por aspiración directa.
- 11.15. Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica de acuerdo a lo indicado en el inciso 10.1 o manual del fabricante.
- 11.16. Obtener una gráfica con los valores de la curva de calibración y realizar los cálculos cuantitativos. Analizar el lote de muestras.

12. ANÁLISIS DE DATOS

- 12.1. Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación de la recta que se obtiene de las curvas de calibración para cada metal empleando la siguiente ecuación:

$$y = mx + b$$

Siendo:

“y” la absorbancia de la muestra procesada, “m” la pendiente (coeficiente de absortividad) y b la ordenada al origen.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 9 de 6

12.2. Despejar X que debe ser la concentración de la muestra procesada y tomar en cuenta los factores de dilución que se realicen en cada uno de los metales según la técnica utilizada, y se debe obtener la concentración del metal en la muestra.

Reporte de resultados:

12.3. No se deben reportar concentraciones de elementos por debajo del límite de detección.

12.4. Reportar los resultados del análisis en mg/L.

13. CONTROL DE CALIDAD

13.1. Control de la sensibilidad del equipo:

Si se trabaja en condiciones máximas de sensibilidad: con el quemador de 10 cm perfectamente alineado, cámara de nebulización no obstruida y lámparas de cátodo hueco y de corrección de background en óptimo estado, las absorbancias mínimas a obtener son el 80 % de las Absorbancias teóricas de cada estándar.

13.2. Control de la exactitud:

Evaluarla, de ser posible, con un material de referencia certificado o material de referencia interno cuya matriz sea similar a las muestras y posea el analito de interés, el contenido de metales obtenido debe estar en el rango 75-125% del contenido real, o de existir, los rangos serán fijados a partir del gráfico de control correspondiente.

13.3. Control de la precisión:

Medir los duplicados de las muestras y determinar la precisión como la desviación estándar relativa (RSD) o rangos normalizados.

Los límites de aceptación de los duplicados deben surgir de los gráficos de control correspondientes, según la matriz analizada. En caso de contar con los gráficos de control correspondientes, se acepta un 10% para matrices líquidas, y 20% para matrices sólidas.

13.4. Adición de estándar:

Medir la muestra y la muestra adicionada, calcular la recuperación de la adición la cual debe estar dentro del rango 75-125 %. Si existe gráfico de control, los límites quedaran fijados por éste.



PROCEDIMIENTO OPERATIVO ESTÁNDAR

DETERMINACIÓN DE METALES POE2000DI

Emisión:
Codificación y Revisión
Ed. 0001
Página 10 de 6

14. PREPARACIÓN DE ALGUNOS ESTÁNDARES

- 14.1. Aluminio. Disolver 0,100 g de Aluminio metálico en una mezcla ácida de 4 mL de HCl 1 + 1 y 1 mL de HNO₃ en un vaso de precipitados. Transferir a un matraz de 1 L, adicionar 10 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Al.
- 14.2. Cadmio. Disolver 0,100 g de Cadmio metálico en 4 mL de HNO₃ concentrado, adicionar 8 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua, 1,00 mL = 100 µg de Cd.
- 14.3. Cobre. Disolver 0,100 g de cobre metálico en 2 mL de HNO₃ concentrado, adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Cu.
- 14.4. Hierro. Disolver 0,100 g de alambre de hierro en una mezcla de 10 mL de HCl 1 + 1 y 3 mL de HNO₃ concentrado. Adicionar 5 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Fe.
- 14.5. Plomo. Disolver 0,1598 g de Pb(NO₃)₂, en una mínima cantidad de HNO₃ 1+ 1, adicionar 10 ml de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Pb.
- 14.6. Zinc. Disolver 0,100 g de Zinc metálico en 20 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 mL en agua; 1,00 mL = 100 µg Zn.

15. BIBLIOGRAFÍA

- 15.1. Manual de instrucciones del Espectrofotómetro.
- 15.2. AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition. Washington, APHA, 2012. Part 3000. Metals 3111 A y B pp 3-14 al 3-20.